

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Ingeniería Industrial.
Departamento de Ciencia e Ingeniería de
Materiales.

Proyecto Fin de Carrera

AUTOR: Luis Miguel Córdoba Casado

DIRECTORA: Dania Olmos Díaz

Agradecimientos

En primer lugar quiero agradecer a mi tutora D^a Dania Olmos la dedicación y el esfuerzo que me ha presentado en el desarrollo de este proyecto y al departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales de la Universidad Carlos III de Madrid por suministrarme todo lo necesario para llevarlo a cabo.

También quiero agradecer a mi familia, y amigos todo el apoyo y ayuda que me han prestado a lo largo del proyecto, han existidos momentos difíciles y sin ellos no hubiera conseguido sacarlo adelante, muchas gracias a todos.

Índice

Resumen	5
Abstract	6
1. Introducción y objetivos	7
1.1. Objetivos	11
2. Fundamento teórico	12
2.1. Polifluoruro de Vinilideno (PVDF)	12
2.1.1. Estructura cristalina PVDF	12
2.1.2. Métodos de Obtención	13
2.2. Titanato de bario (BaTiO ₃)	15
2.3. Materiales nano-compuestos. PVDF-BaTiO ₃	16
2.3.1. Propiedades eléctricas	16
2.4. Dispersión de las partículas en la matriz polimérica	20
2.4.1. Molienda mecánica de alta energía (HEBM)	20
2.4.2. Fundamento de la molienda mecánica	21
2.4.3. Variables del proceso	22
2.5. Materiales piezoeléctricos. Conceptos generales de piezoelectricidad	23
2.6. Modelos de partida	26
3. Parte experimental	28
3.1. Materiales	28
3.2. Preparación de muestras	30
3.2.1. Molienda mecánica de alta energía. HEBM	30
3.3. Preparación de las muestras	32
3.3.1. Método de preparación de las muestras: Film + Sustrato	32
3.3.2. Preparación de muestras	34
3.4. Electrodo	35
3.5. Osciloscopio	36
3.6. Caracterización inicial	38
3.6.1. Selección del método y protocolo de medidas de las propiedades piezoeléctricas del material	38
3.7. Métodos de caracterización empleados	40
3.7.1. Experimento vertical	41
3.7.2. Experimento inclinado	42
3.7.3. Experimento del motor	43
3.7.4. Comparación entre los métodos de caracterización empleados	45

4. Resultados	46
4.1. Experimento vertical	46
4.1.1. Bola pequeña. Serie A	48
4.1.2. Bola mediana. Serie A	51
4.1.3. Bola grande. Serie A	53
4.1.4. Bola pequeña. Serie B	55
4.1.5. Bola mediana. Serie B	57
4.1.6. Bola grande. Serie B	59
4.1.7. Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento vertical	61
4.2. Experimento inclinado	66
4.2.1. Bola pequeña. Serie B	68
4.2.2. Bola mediana. Serie B	70
4.2.3. Bola grande. Serie B	72
4.2.4. Bola pequeña. Serie E	74
4.2.5. Bola mediana. Serie E	76
4.2.6. Bola grande. Serie E	78
4.2.7. Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento inclinado	80
4.3. Experimento del motor	85
4.3.1. Serie A	86
4.3.2. Serie B	88
4.3.3. Serie E	90
4.3.4. Serie F	92
4.3.5. Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento del motor	94
4.3.6. Estudio condiciones óptimas	96
5. Conclusiones	99
Referencias	101
Guía de Tablas	103
Índice de figuras	106

Resumen

Los polímeros piezoeléctricos son ampliamente usados en la actualidad para múltiples aplicaciones como sensores y actuadores. En este proyecto fin de carrera se realiza un estudio de la respuesta piezoeléctrica del PVDF, se escogió el PVDF tanto por su excelente respuesta piezoeléctrica como por su buena procesabilidad.

Para caracterizar la respuesta piezoeléctrica se desarrollan y optimizan tres montajes experimentales. El experimento vertical en el que dejamos caer verticalmente distintas bolas de acero sobre una probeta y se recogen los valores de voltaje obtenidos a través de un osciloscopio. El experimento inclinado, similar al anterior aunque las bolas ruedan sobre un plano inclinado. Y el experimento del motor, donde un motor desequilibrado genera una oscilación en un cantiléver solidario a él que golpea la muestra, se recogen los valores de voltaje obtenidos a través de un osciloscopio.

Los resultados obtenidos muestran que los experimentos propuestos son reproducibles. Además se observa que el comportamiento del PVDF en todos los experimentos es similar, al someter el material a compresión se aprecia un valor de voltaje mínimo y al retirar la presión se aprecia un valor de voltaje máximo, menor en valor absoluto, dado por la recuperación de la muestra.

Abstract

Piezoelectric polymers are widely used today for many applications as sensors and actuators. In this work, the study of the piezoelectric response of PVDF is done. PDVF was chosen for its excellent piezoelectric response as well as for its good processability.

In order to characterize the piezoelectric response three experimental set-ups are developed and optimized: i) the vertical experiment in which we let fall vertically different balls of steel over the sample and the values of voltage are collected whit the aid of an oscilloscope ii) the inclined experiment, similar to the previous one but the balls rolls over a sloped plane and iii) the oscilating engine experiment, where an unbalanced motor generates an oscillation in a cantilever attached to it which hits the sample, and the voltage values are collected by an oscilloscope.

The result obtained show that the proposed experiments are reproducible. Moreover, it is observed that PVDF behaviour is similar in all of the experiments. When the material is subjected to compression forces a minimum voltage value is observed, while when the pressure is released a maximum value of voltage is observed (lower in absolute value) given by the recovery of the sample.

1. Introducción y Objetivos

Los materiales piezoeléctricos son ampliamente usados en la actualidad, tanto para transductores como para equipamientos ultrasónicos de potencia, detonadores de impacto, generadores de chispas, nebulizadores, actuadores, posicionadores, transformadores y otras aplicaciones donde el efecto piezoeléctrico es útil.

El efecto piezoeléctrico es la generación de polarización eléctrica en un material en respuesta a un esfuerzo mecánico, a este fenómeno se le denomina efecto directo. Los materiales piezoeléctricos también presentan el efecto inverso, una deformación al ser sometidos a corriente eléctrica. (1), (2).

Una clasificación de los materiales piezoeléctricos (2):

- Monocristales piezoeléctricos. Que pueden ser naturales, cuarzo, o artificiales como el niobato de litio (LiNbO_3) o el tantalato de litio (LiTaO_3).
- Cerámicas piezoeléctricas, como puede ser el titanato de bario (BaTiO_3).
- Polímeros piezoeléctricos, como puede ser el polivinil difluoreno (PVDF).
- Materiales compuestos piezoeléctricos como puede ser partículas de cerámicas piezoeléctricas embebidas en una matriz polimérica.

El efecto piezoeléctrico fue descubierto en 1880 por los hermanos Curie realizando estudios sobre la compresión del cuarzo. La primera aplicación práctica del efecto piezoeléctrico fue desarrollada por Paul Langévin para la fabricación de sonares durante la primera guerra mundial, utilizando cristales de cuarzo acoplados a masas metálicas para generar ultrasonidos en el rango de 10 kHz, generar de este modo ultrasonidos consume grandes cantidades de energía lo que llevó a la búsqueda de piezoeléctricos sintéticos. Entre los años 40 y 60 EEUU y Japón dirigieron la investigación a la búsqueda y desarrollo de cerámicas piezoeléctricas como el titanato de bario (BaTiO_3) y el titanato-circonato de plomo (PZT) que responde a la fórmula general $\text{Pb}(\text{Ti}_{1-y}\text{Zr}_y)$ donde “y” varía entre 0,4-0,9.

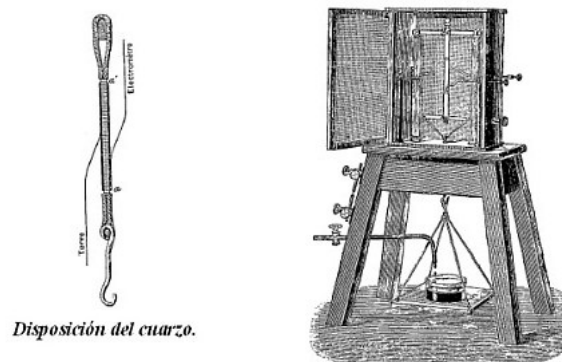


Figura 1.1: Electrómetro usado por Pierre y Jacques Curie en sus investigaciones sobre la piezoelectricidad, 1880 (3).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Estas cerámicas presentan mejores propiedades que los piezoeléctricos naturales (cuarzo) una vez polarizadas, además el método de fabricación usado está basado en la sinterización de polvos cerámicos con posterior conformado por prensado o extrusión lo que hace que se puedan obtener geometrías complejas (4).

En la década de los 70 se comienzan a desarrollar materiales poliméricos con características piezoeléctricas, estos son interesantes ya que presentan amplio ancho de banda, una respuesta electromecánica rápida, unos relativamente bajos requerimientos eléctricos y pueden generar fuerzas grandes.

Si se comparan los materiales poliméricos piezoeléctricos con los cerámicos se puede apreciar que la constante de carga piezoeléctrica (d_{31}) es menor para los materiales poliméricos mientras que la constante de voltaje piezoeléctrico (g_{31}) es mucho mayor (2), (5), como podemos ver en la tabla 1.1.

Algunas ventajas que presentan los polímeros piezoeléctricos son que presentan una mayor flexibilidad en el proceso de fabricación frente a los cerámicos ya que son materiales ligeros y duros también se puede fabricar en grandes superficies y cortarse de muchas formas diferentes a temperaturas más bajas. Otras propiedades interesantes son la baja constante dieléctrica, baja rigidez elástica, baja impedancia acústica y mecánica.

	d_{31}^a (pm/V)	g_{31}^a (mV- m/N)	k_{31}	Características Sobresalientes
PVDF	28	240	0,12	Flexible, ligero, baja impedancia acústica y mecánica.
PZT	175	11	0,34	Frágil, pesado y tóxico

Tabla 1.1: Comparación de propiedades entre materiales piezoeléctricos poliméricos y cerámicos (5).

Los posibles campos de aplicación para los polímeros piezoeléctricos son enormes, por ejemplo, están siendo incorporados en multitud de sensores y actuadores, en instrumental médico, en robots, en ordenadores, en otras aplicaciones donde se requieran ultrasonidos, en figura 1.2 se puede ver los distintos campos de aplicación entre 1999 y 2004.

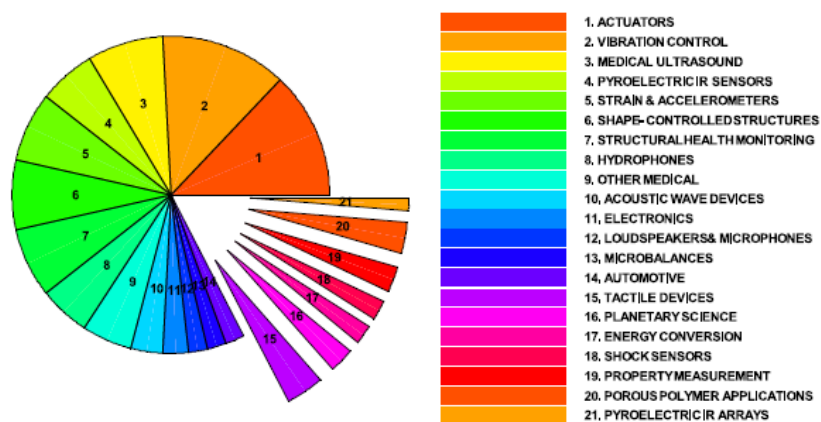


Figura 1.2: Aplicaciones piezoeléctricas y piroeléctricas de materiales poliméricos. 1999-2004 (6).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

En el campo biomédico se está investigando si pueden utilizarse como actuadores en músculos artificiales, en robots invasivos para diagnósticos y microcirugía, en actuadores para estimular el crecimiento de tejidos o hueso y como sensores para monitorizar el estado de las arterias para evitar bloqueos. (6), (7). Ejemplos de aplicación de los polímeros piezoeléctricos se puede observar en la figura 1.3.

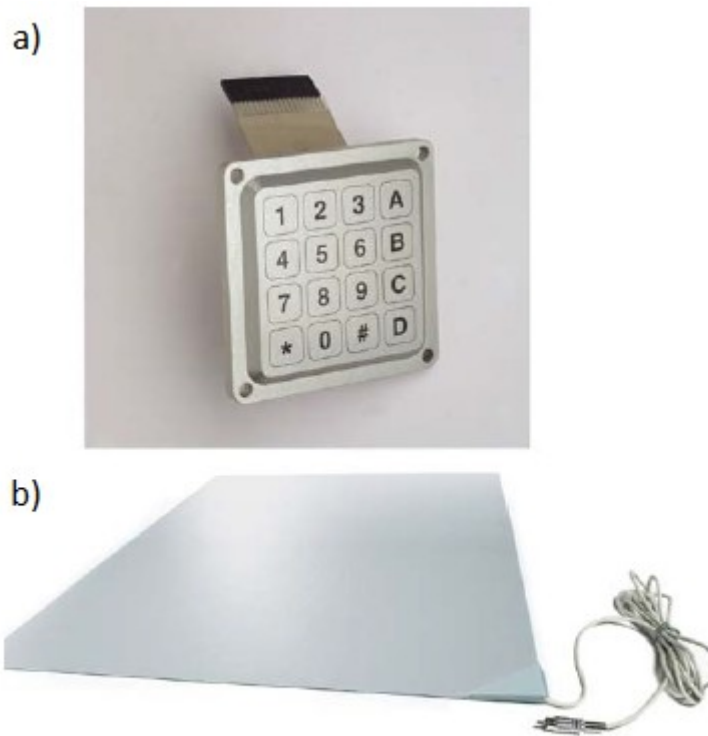


Figura 1.3: Distintas aplicaciones para films piezoeléctricos a) teclado b) felpudo de seguridad (7).

También se está investigando en otros campos como en los procesos de fabricación, para buscar una mejora en los materiales con el objetivo de ampliar el rango de temperatura existente lo que hará que sean aún más usados. Otra línea de investigación es la fabricación y desarrollo de materiales compuestos polímero-cerámicos donde se busca aumentar las propiedades piezoeléctricas del conjunto.

1.1 Objetivos

El objetivo general de este trabajo es la búsqueda de métodos para la caracterización de la respuesta piezoeléctrica de los materiales poliméricos, en nuestro caso PVDF. Para ello a lo largo de este proyecto se plantean tres posibles desarrollos experimentales:

- El experimento vertical, en el que dejamos caer verticalmente distintas bolas de acero de masa conocida sobre una probeta y recogemos los valores de voltaje obtenidos a través de un osciloscopio.
- El experimento inclinado, similar al anterior aunque las bolas ruedan sobre un plano inclinado.
- El experimento del motor donde la vibración de un motor desequilibrado hace que vibre un cantiléver al que va adherido una pequeña bola de acero que golpea de forma continua sobre la muestra y se recoge la respuesta de la muestra ante estos golpes cíclicos a través de un osciloscopio.

Para llevar a fin el objetivo general se tendrá que desarrollar como objetivo específico la optimización del método de fabricación de probetas para que estas se adapten correctamente a los métodos de medida propuestos.

2. Fundamento teórico

2.1 Polifluoruro de Vinilideno (PVDF)

El polifluoruro de Vinilideno (PVDF) es un polímero semicristalino termoplástico (8) que se obtiene a partir de la polimerización del fluoruro de vinilideno, como vemos en la figura 2.1.

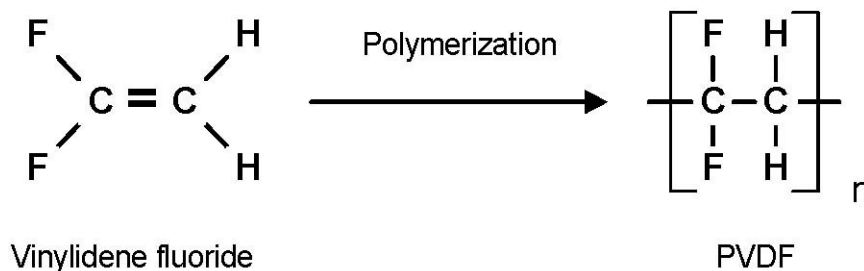


Figura 2.1: Monómero de partida y unidad repetitiva PVDF. Cole-Parmer.

Es un polímero lineal, que carece de carbonos asimétricos, sus moléculas no presentan tacticidad, pero sí polaridad debido a la gran diferencia de electronegatividad entre el flúor y el carbono. Sus propiedades piezoeléctricas son importantes para aplicaciones electro-ópticas, electro-mecánicas y biomédicas (9).

El uso de PVDF viene favorecido por su relativo bajo coste, su buena procesabilidad (se obtienen films fácilmente), es biológicamente compatible y presenta buenas propiedades mecánicas respecto a otros fluoropolímeros (10). Estas características hacen que sea ampliamente utilizado por la industria química, electrónica, biomédica y de defensa. Para, por ejemplo, la fabricación de sensores, transductores y para la construcción de baterías de ion-litio (11).

2.1.1 Estructura cristalina PVDF

Es un polímero semicristalino con habitualmente un 50% de cristalinidad, pero dependiendo de la historia térmica puede alcanzar hasta el 70-75%. En las zonas cristalinas se generan dominios eléctricos, similares a los magnéticos, donde existe un momento dipolar, la conjunción de todos los dominios hace que el material tenga un momento dipolar neto. Presenta al menos cuatro fases cristalinas estables (polimorfismo cristalino) α , β , γ , δ (10).

Las diferencias entre las fases vienen determinadas por las distintas conformaciones adoptadas por las cadenas moleculares. La fase cristalina β es la que presenta mejores propiedades ferroeléctricas, piezoeléctricas y piroeléctricas (12). Esta presenta un momento dipolar intrínseco que no presenta la fase α , como se puede observar ver en la figura 2.2, este momento dipolar viene dado por las estructuras de su celdilla unidad (conformación de las cadenas moleculares + disposición de las cadenas en la red cristalina).

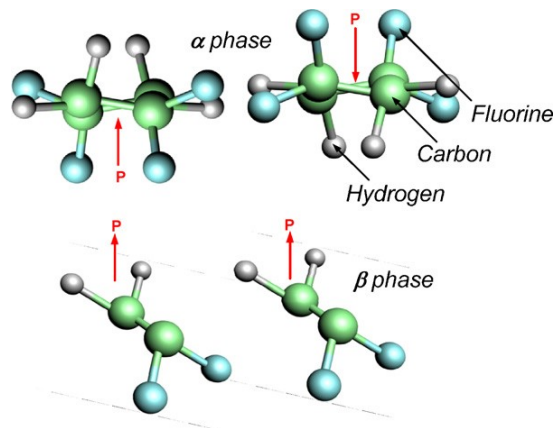


Figura 2.2: Esquema unidad repetitiva PVDF de la fases α y β . Los momentos polares de la fase α se cancelan en cadenas sucesivas mientras que no ocurre esto en la fase β (12).

La fase γ es una situación intermedia entre la β , que es la que presenta momento dipolar neto mayor, y la α . (12). Las fases más comunes y la nomenclatura empleada se aprecia en la tabla 2.1.

Fase	Denominación	Conformación
α	TGTG'	Cis-Trans
β	TTTT	Trans-Trans
γ	TTTGTG'	

Tabla 2.1: Fases más comunes del PVDF y nomenclatura empleada.

2.1.2 Métodos de obtención

Según el método de obtención que haya sufrido el PVDF se puede favorecer la creación de una fase cristalina u otra, ya que esta depende fundamentalmente de la historia térmica del material y del procesado al que haya sido sometida (13).

Fase α : se obtiene cuando cristaliza la el PVDF a partir de fundido o cuando se precipita a partir de una disolución de acetona.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Fase β : es la habitualmente más interesante ya que presenta las mejores propiedades piezoeléctricas, esta fase se puede obtener de diferentes formas, entre las que cabe destacar la precipitación de una solución N,N-dimetilformamida (10) y la deformación mecánica de la fase α (14).

Cuando se producen films por precipitación, el film obtenido puede tener cierta porosidad (10), que reduce sus propiedades piezoeléctricas y piroeléctricas, se combate esta porosidad aplicándole temperatura y presión, con esto se consigue una lámina transparente con buenas propiedades mecánicas y flexibles (15).

Fase γ : puede obtenerse por cristalización del fundido a temperatura y presión elevada o por tratamiento térmico a temperaturas cercana al punto de fusión de otra fase cristalina.

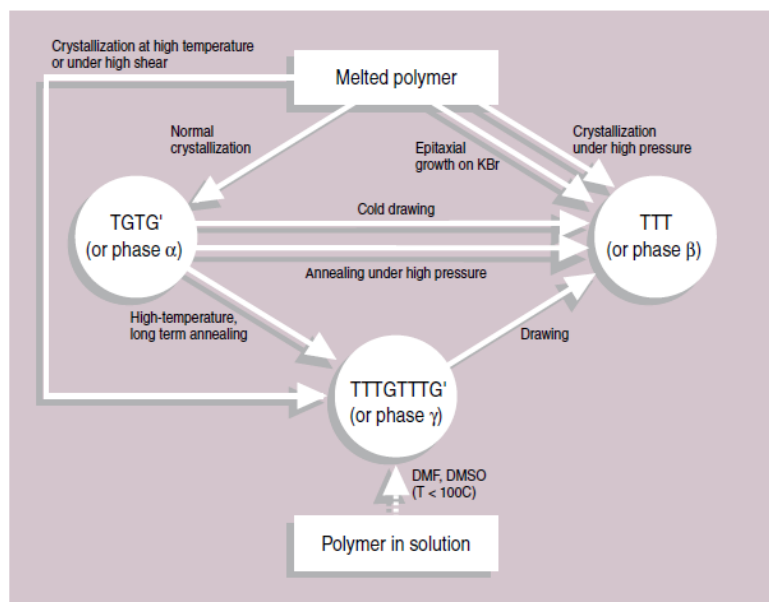


Figura 2.3: Métodos de obtención PVDF atendiendo a su estructura cristalina (14).

2.2 Titanato de bario (BaTiO_3)

Es un material ferroeléctrico clásico usado en aparatos electrónicos, en capacitores de alta permitividad, en detectores y transductores. Presenta estructura perovskita ABO_3 , ver figura 2.4. Presenta diferente comportamiento piezoeléctrico según diversos factores (16):

- Tamaño de partícula.
- Tipo de dominio magnético existente.
- La Temperatura.

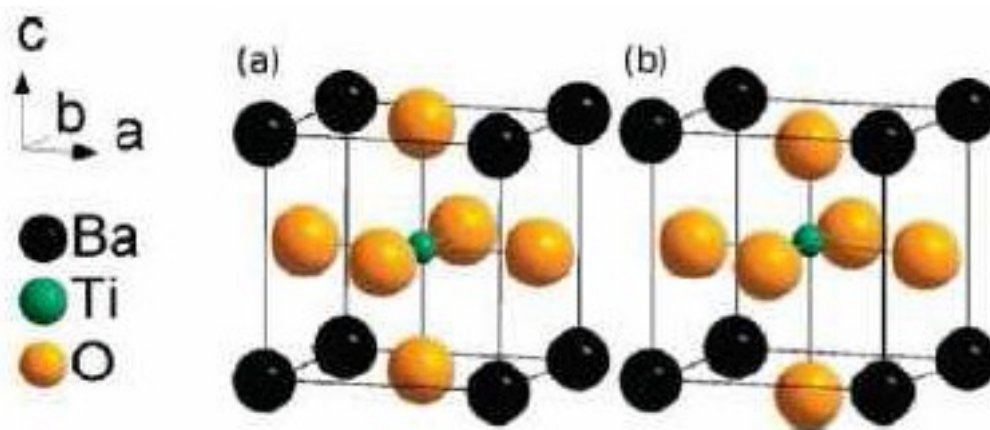


Figura 2.4: Estructura cristalina titanato de bario: a) paraeléctrica-cúbica, b) ferroeléctrica tetragonal (17).

Dado que la permitividad dieléctrica (ϵ') es una propiedad del material muy relacionada con el comportamiento piezoeléctrico viendo como varía esta según los factores anteriores se puede valorar el comportamiento piezoeléctrico del BaTiO_3 .

Tamaño de partícula: el BaTiO_3 presenta una disminución de su ϵ' cuando se produce una disminución de tamaño desde μm a nm . Esto ocurre porque al reducir el tamaño se produce una reorganización de la estructura desde tetragonal a cúbica, lo que hace que disminuya la ϵ' (18).

Tipo de dominio magnético existente: la reducción de tamaño puede hacer que en las partículas de titanato de bario existan dominios simples, que hacen que varíe bastante las propiedades eléctricas respecto a los multidominios existentes habitualmente (15).

Temperatura: al superar determinada temperatura, temperatura de Curie(296°C en el caso del BaTiO_3) sufre un decrecimiento rápido de la constante dieléctrica, ya que el material pierde las propiedades ferroeléctricas volviéndose diamagnético (19).

2.3 Materiales nano-compuestos. PVDF-BaTiO₃

Los materiales compuestos se forman cuando dos o más materiales se utilizan juntos para obtener una combinación de propiedades que no podemos obtener con los materiales por separado, por tanto, buscamos que los materiales que tenemos trabajen de forma sinérgica. Los materiales nano-compuestos presentan dos fases, distinguibles físicamente, separables mecánicamente, insolubles entre sí y separadas por una interfase (20).

- Fase Dispersa: tiene carácter discreto, la geometría en este caso, son nanopartículas dispersas por la matriz, actúan como refuerzo y aumentan las propiedades mecánicas de la matriz, también pueden aumentar otras propiedades.
- Fase Matriz: tiene carácter continuo y es la responsable de las propiedades físicas y químicas, protege al refuerzo de la corrosión y transmite los esfuerzos a este.

Un parámetro clave para conseguir unas buenas propiedades, es la buena distribución de las partículas de refuerzo sobre la matriz. En nuestro caso, la fase matriz es el polifluoruro de vinilideno (PVDF) y la fase dispersa, serán nanopartículas de titanato de bario (BaTiO₃), se consigue una dispersión homogénea ya que PVDF y BaTiO₃ tienen buena afinidad entre sí (21).

Con este material compuesto se buscan fundamentalmente dos cosas, por un lado, aumentar las propiedades mecánicas del PVDF y por otro, mejorar las propiedades eléctricas del material, piezoeléctricas (22).

Para comprender mejor como influye la composición del material en las propiedades piezoeléctricas necesitamos una aproximación a sus propiedades eléctricas ya que son fundamentales en su comportamiento.

2.3.1 Propiedades eléctricas

Los materiales en los que buscamos propiedades piezoeléctricas son aislantes y por tanto presentan una conductividad muy baja, presentando un gran gap de energía entre la banda de conducción y de valencia apreciable, dado que la superposición de sus funciones de onda es pequeña (20). En la figura 2.5 se puede ver el esquema de la estructura de bandas correspondientes a un material aislante, semiconductor y conductor.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

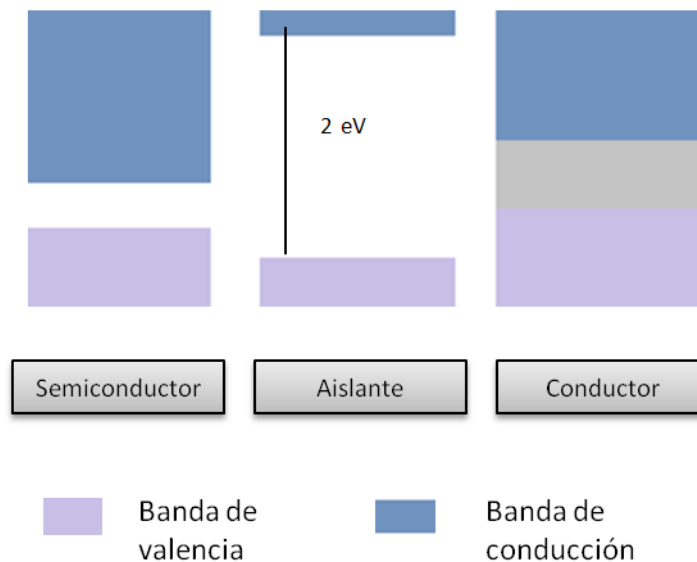


Figura 2.5: Esquema de la estructura de bandas para materiales semiconductores, aislantes y conductores.

Un aislante almacena cargas eléctricas y al aplicar un campo eléctrico, E , se generan dipolos en la estructura atómica o molecular y estos dipolos se alinean en la dirección del campo, a este fenómeno se le denomina polarización. No solo se alinean los dipolos creados al imponer este campo eléctrico sino también los previamente existentes en el material.

Para altos voltajes aplicados se puede producir ruptura dieléctrica del material, los electrones tienen suficiente energía como para saltar de la banda de valencia a la de conducción, por lo que se produce conductividad eléctrica.

Una manera de medir las propiedades eléctricas del material es a través de la constante dieléctrica y la permitividad relativa, a través de las siguientes expresiones veremos la relación con los materiales que hemos usado.

Entre dos materiales conductores separados por el vacío no se establece una corriente eléctrica entre ellos, esta característica es en la que se basan los condensadores, que son usados ampliamente en la electrónica, un parámetro fundamental para medir esta característica es la capacidad, C , que mide la cantidad de carga que podemos almacenar sin que se produzca ruptura dieléctrica (23).

$$C = \frac{dQ}{dV} \rightarrow Q = C \cdot V \quad (2.1)$$

Siendo C la capacidad en Culombios/ Voltios.

$$\text{En el vacío} \rightarrow C = \epsilon_0 \cdot \frac{A}{d} \quad (2.2)$$

Siendo ϵ_0 la permitividad dieléctrica del vacío, A el área de los conductores y d la distancia de separación entre ellos.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Si entre estos conductores introducimos un dieléctrico (aislante) este se puede polarizar aumentando la capacidad del sistema para almacenar carga.

$$C = \varepsilon \cdot \frac{A}{d} \quad (2.3)$$

Siendo ε la permitividad del dieléctrico.

Podemos definir la constante dieléctrica (k) como la relación entre la permitividad del material y la del vacío.

$$k = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \quad (2.4)$$

La polarización que podemos observar en el dieléctrico está relacionada con estas magnitudes.

$$P = (k - 1) \cdot \varepsilon_0 \cdot \xi \quad (2.5)$$

Siendo ξ la intensidad del campo aplicado en (V/m).

Atendiendo a estas fórmulas podemos concluir que aumentando ε y la capacidad (C) aumentará la polarización y consecuentemente la cantidad de energía que puede almacenar el material.

Experimentalmente se pudo ver que la polarización crece hasta que todos los dipolos, preexistentes y los creados en el material, quedan alineados con el campo eléctrico aplicado, Figura 2.6.

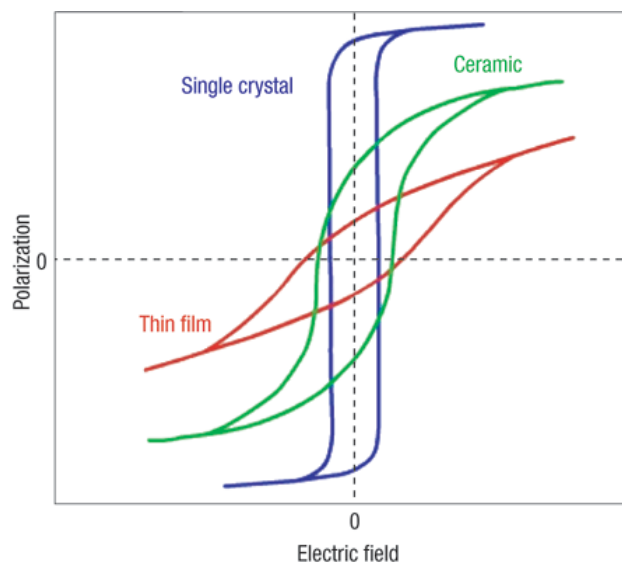


Figura 2.6: Ciclos de histéresis (24).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Otro parámetro que es importante considerar es la frecuencia, w , ya que la constante dieléctrica y la polarización depende de ella. Esto ocurre por el fenómeno de fricción dipolar, que es mayor cuanto más difícil es la reordenación de los dipolos. Podemos caracterizar estas pérdidas mediante el factor de disipación o tangente de delta, $\tan \delta$.

$$\tan \delta = \frac{G}{w \cdot C} \quad (2.6)$$

Siendo: G la conductancia del material dieléctrico, w la frecuencia y C la capacidad.

Todas estas fórmulas que hemos visto anteriormente referidos a condensadores se pueden relacionar con los fenómenos de piezoelectricidad ya que en los materiales piezoeléctricos un cambio dimensional produce la polarización en el dieléctrico, lo que hace que podamos usar el concepto de capacidad ya que existe variación en la cantidad de carga cuando aplicamos una diferencia de potencial, fórmula (2.1).

En la bibliografía se pueden encontrar otros refuerzos adecuados, para el PVDF, además del titanato de bario, que podrían emplearse para mejorar las propiedades eléctricas antes descritas. Por ejemplo, otras posibles alternativas podrían ser:

- Otras cerámicas piezoeléctricas: PbTiO_3 , PZT (plomo-circonato-titanato). Ambas con estructura perovskita similar a la del BaTiO_3 (11).
- Añadir al sistema PVDF/ BaTiO_3 nanopartículas de carbono (GN) en una cantidad cercana al umbral de percolación, consiguiendo con ello, aumentar notablemente la permeabilidad dieléctrica. Como podemos ver (21), (24) al aumentar el porcentaje de BaTiO_3 o añadir nanopartículas de grafito se puede aumentar, y aumentar mucho en algunos casos, la permitividad dieléctrica (ϵ), si se pasa del límite de percolación aumenta el factor de disipación ($\tan \delta$) reduciendo las propiedades eléctricas.

Especie	ϵ'	$\tan \delta$
Neat PVDF	9,7	0,018
PVDF/ BaTiO_3 80/20	11,6	0,019
PVDF/ BaTiO_3 40/60	31,4	0,026
PVDF/ BaTiO_3 /GN 80/20/2,5	50,0	0,072
PVDF/ BaTiO_3 /GN 80/20/3	492,0	49,1

Tabla 2.2: Variación de la permitividad magnética (ϵ') y factor de disipación $\tan \delta$ a 1kHz, según el tipo y cantidad de refuerzo utilizado (11).

2.4 Dispersión de las partículas en la matriz polimérica

La correcta dispersión de las partículas de refuerzo sobre la matriz es uno de los requisitos más importantes que tenemos en un material nanocompuesto ya que la formación de aglomerados puede dar propiedades eléctricas o mecánicas no deseadas.

Algunos métodos de dispersión que podríamos utilizar para obtener una buena dispersión en nuestro sistema PVDF/BaTiO₃ (25) son:

- Modificación de la superficie de las nanopartículas.
- Modificación química de las nanopartículas con un monómero para conseguir una polimerización mezclada con el otro monómero.
- Polimerización “in situ” con previa dispersión de nanopartículas en el monómero.
- Métodos Sol-Gel de generación de nanopartículas en matriz polimérica.
- Adición de surfactantes u otras sustancias que mejoren la dispersión de partículas en matrices poliméricas.

Estos métodos se basan en el procesamiento del material en disolución o estado fundido. En estas condiciones puede ser difícil lograr dispersiones mayores del 5% en peso, por la viscosidad que puede llegar a adquirir el polímero. Una alternativa a estos métodos pueden ser los métodos de estado sólido, como puede ser la molienda mecánica de alta energía, empleada para la formación de los materiales compuestos de este proyecto.

2.4.1 Molienda mecánica de alta energía (HEBM)

Mediante este método conseguimos reducir el tamaño de partícula mientras se cambia la morfología del polvo (tanto de la matriz como del refuerzo) mezclándose y dispersándose de una forma más eficiente. Puede tener efectos adversos sobre el material como puede ser la oxidación o degradación de cualquiera de los materiales que forman el compuesto (26), (27).

Otra posible variante es la molienda criogénica que puede hacer aumentar, mucho, el porcentaje en masa de refuerzo que podemos añadir.

2.4.1.1. Fundamento de la molienda mecánica

La molienda mecánica consiste en continuos impactos, generalmente con bolas macizas de acero, de alta energía sobre las partículas de polvo que causa que se adhieran a las bolas las partículas de polvo y se fracturen (tanto de PVDF como de BaTiO_3) con lo que se reduce su tamaño y produciéndose soldaduras y fracturas entre ellas. Estos impactos consiguen modificar la morfología del polvo llegando a producir partículas nuevas. Además el movimiento y los impactos producen una buena dispersión del refuerzo en las partículas creadas. Manteniendo el tiempo suficiente podemos llegar a un polvo con un tamaño de partícula pequeño con una correcta dispersión del refuerzo muy homogénea.

2.4.1.2 Variables del proceso

- **Tipo de bolas:** deben ser las adecuadas para el tipo de molino empleado. La energía cinética que usamos para el proceso depende en gran medida de la masa y la velocidad de las bolas. Se suelen usar bolas de materiales densos (por ejemplo acero).
- **Temperatura:** se puede trabajar con pequeños incrementos de temperatura, en algunos casos dentro del molino tienen lugar reacciones exotérmicas que puede hacer que necesite refrigeración. La temperatura influye en la microestructura final del polvo obtenido.
- **Frecuencia e intensidad de molienda:** Aquí habría que distinguir dos frecuencias. Frecuencia media de colisión: que se relaciona con el tamaño medio de molienda y con la velocidad media. Frecuencia de impacto de la partícula: que muestra la probabilidad de choque, al aumentar la concentración de partículas en la superficie y aumentar la homogeneidad en el tamaño de partícula esta probabilidad disminuye.
- **Tipo de molino:** influye en la capacidad, tiempo de ciclo, tipo de material, distribución del tamaño de partícula, algunos tipos de molino son: molino vibratorio, molino horizontal, molino centrífugo, molino planetario, molino de malas. Cada uno con sus propias características y mejor para un tipo de proceso.
- **Atmósfera:** se puede utilizar una atmósfera controlada como Ar o He para evitar contaminaciones del polvo.
- **Materia Prima:** el tamaño de partícula determina la reducción del tamaño y el tiempo que se tiene que realizar la molienda. Nos interesa el tamaño de partícula lo más pequeño posible para mejorar la difusión.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Al realizar el proceso de molienda, puede ocurrir contaminación en el polvo obtenido y según la aplicación a la que vaya dirigida este polvo puede ser más o menos importante. En los artículos (28) y (29) se procede a la dispersión de BaTiO_3 en una matriz de etileno vinil acetato (EVA) después de caracterizar el polvo por distintos métodos concluyen que la contaminación que se introduce en la muestra al realizar la molienda criogénica es muy baja. Dado que los polvos suministrados para la realización de este proyecto fueron obtenidos por molienda criogénica análoga a la empleada en (29) podemos suponer que la contaminación introducida a la muestra durante el proceso de molienda es también baja.

2.5 Materiales Piezoeléctricos. Conceptos generales de piezoelectricidad

Antes de explicar más en profundidad el comportamiento de los materiales piezoeléctricos se hablará de manera general de características generales de los materiales ferroeléctricos, puesto que todos los materiales piezoeléctricos son ferroeléctricos (23).

Un cristal ferroeléctrico muestra un momento eléctrico dipolar en ausencia de un campo eléctrico exterior. Presenta, por tanto, polarización permanente en el material. En este estado, el centro de las cargas positivas en la estructura no coincide con el centro de las cargas negativas. Principalmente, son dos las características más importantes de un material ferroeléctrico : la temperatura de Curie y el volumen de dominios ferroelectricos.

Temperatura de Curie

La ferroelectricidad desaparece cuando se sobrepasa una cierta temperatura, por encima de la cual el material se encuentra en estado paraeléctrico (decrece rápidamente la constante dieléctrica). Por tanto, podemos definir la temperatura de Curie como la temperatura a la que un material cambia el estado polarizado a baja temperatura a un estado no polarizado a alta temperatura (23).

Dentro de los cristales ferroeléctricos podemos distinguir dos tipos.

- Desplazamiento: donde se produce la oscilación alrededor de una posición polar.
- Orden-Desorden: se produce vibración alrededor de un subconjunto de pozos.

La estructura tipo perovskita es favorable para que se dé transición de desplazamiento lo que provoca la existencia de ferroelectricidad y antiferroelectricidad.

Dominios ferroeléctricos.

En un cristal ferroeléctrico tenemos regiones en las cuales la polarización tiene la misma dirección dentro de cada uno de ellos. Pero en los dominios adyacentes la polarización tiene lugar en direcciones diferentes. La polarización neta del cristal, por tanto, dependerá de la diferencia entre los volúmenes de los dominios orientados en cada dirección. Este momento dipolar total del cristal puede cambiar por el movimiento de las paredes de los dominios o nucleación de nuevos dominios.

El fenómeno de la piezoelectricidad, al aplicar una tensión mecánica, Z , cambia la polarización eléctrica del material generándose un campo eléctrico (aparición de cargas en las superficies del material).

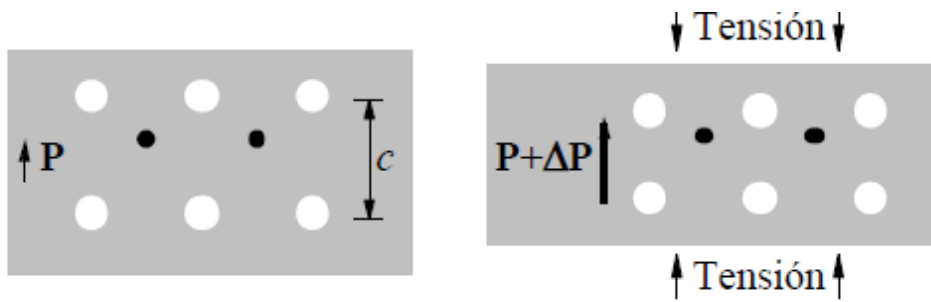


Figura 2.7: Esquema piezoelectricidad (23).

Las siguientes ecuaciones rigen la piezoelectricidad (unidimensional). Y relacionan la tensión mecánica y el campo eléctrico.

$$P = Zd + \epsilon_0 \chi E \quad (2.7)$$

$$e = Zs + Ed \quad (2.8)$$

$$d = \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)_E = \left(\frac{\partial e}{\partial E} \right)_z \quad (2.9)$$

$$g = \left(\frac{-\partial E}{\partial z} \right)_P = \left(\frac{\partial z}{\partial E} \right)_e \quad (2.10)$$

Siendo:

P: Polarización [C/m^2].

Z: Tensión mecánica [N/m^2].

d: Coeficiente de deformación piezoeléctrica [m/V].

g: Coeficiente de tensión piezoeléctrica [m^2/C].

E: Campo eléctrico [V/m].

χ : Susceptibilidad eléctrica.

e: deformación elástica.

s: Coeficiente de elasticidad [m^2/N]

2.6 Modelos de partida

Como punto de partida para los montajes experimentales realizados en este proyecto de fin de carrera tomamos montajes experimentales de varios artículos publicados (12), (30).

En el primero de ellos (26) se puede observar que se realizan dos tipos de ensayos uno cuasi-estático y otro dinámico. En ambos utilizan láminas de 10mm x 10 mm de PVDF de pequeño espesor obtenidos mediante calor y presión, para obtener fase β desde fase α . El montaje experimental que usaron para el experimento cuasi-estático fue el siguiente:

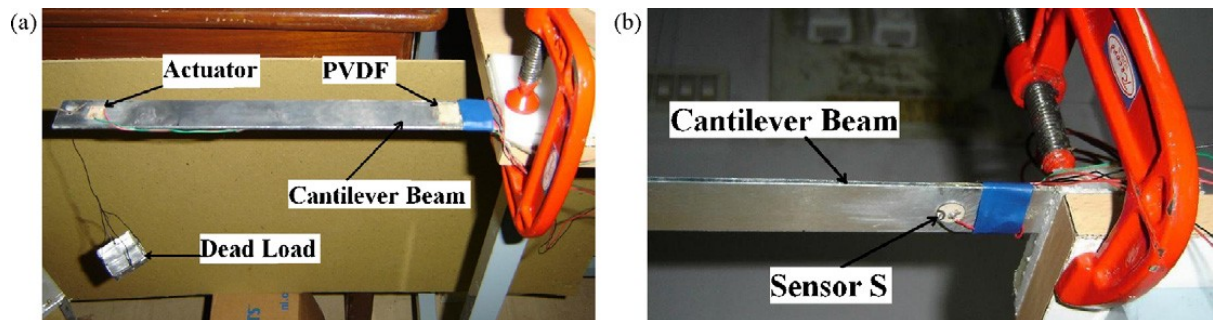


Figura 2.8: (a) Esquema del montaje del modelo cuasi-estático. (b) detalle del montaje (30).

Consideran que toda la tensión que logran ejercer sobre la lámina, que genera el voltaje que se registra, es longitudinal, por tanto el voltaje inducido por la tensión cortante es despreciable.

Para el ensayo dinámico utilizan un sistema similar al utilizado para ensayos no destructivos. En este ensayo se hace llegar sobre la muestra ondas que inducen tensiones dinámicas y se recoge la respuesta que produce variando las tensiones dinámicas (modificando la amplitud mediante la variación del voltaje aplicado al actuador) y las medidas de la muestra (tanto longitud como espesor).

En el segundo (12) utilizan láminas delgadas de fase β de PVDF fabricadas con varios diseños paralelo, los electrodos en el mismo lado y sándwich donde el material se encuentra entre los electrodos de cobre. Para obtener estos diseños tan complejos usan un sistema de máscaras para tener el PVDF con la disposición adecuada.

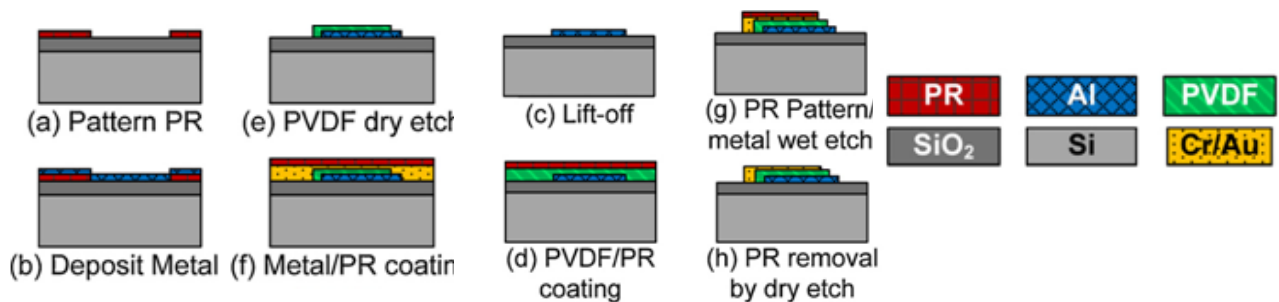


Figura 2.9: Fabricación de los dispositivos (12).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

En el experimento modulan la presión sobre la muestra variando la presión que existe en la cámara de aire donde sitúan la muestra. El flujo de aire es regulado a través de un caudalímetro, y la señal se extrae a través de la placa de sujeción de la muestra. Todo el sistema es conectado a un amplificador para poder extraer la señal.

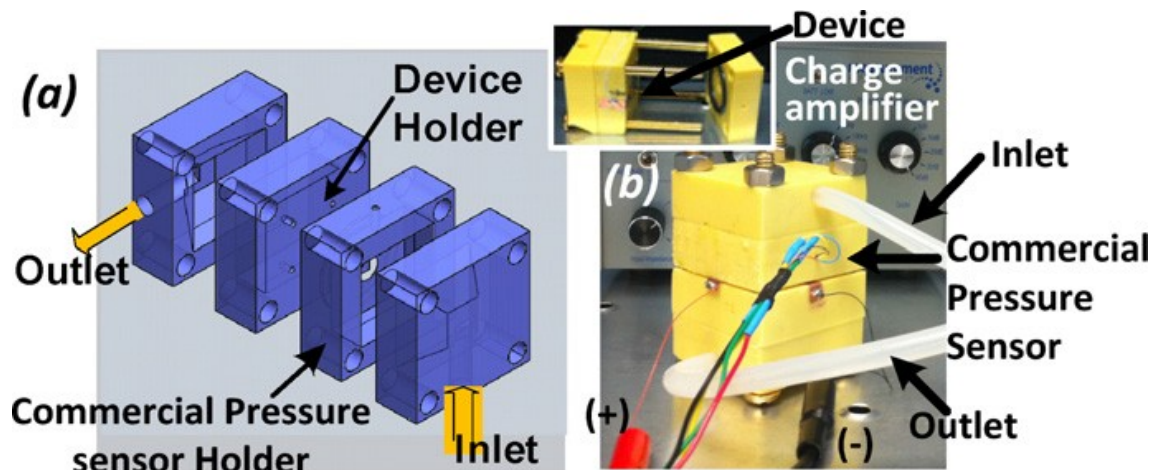


Figura 2.10: (a) Esquema de la cámara el aire atraviesa la cámara. (b) Fotografía de la cámara (12).

Las variaciones de voltaje que obtienen al aplicar una variación de presión en la cámara de forma intermitente son muy rápidas y tienen una recuperación muy rápida, como se muestra en la figura 2.11.

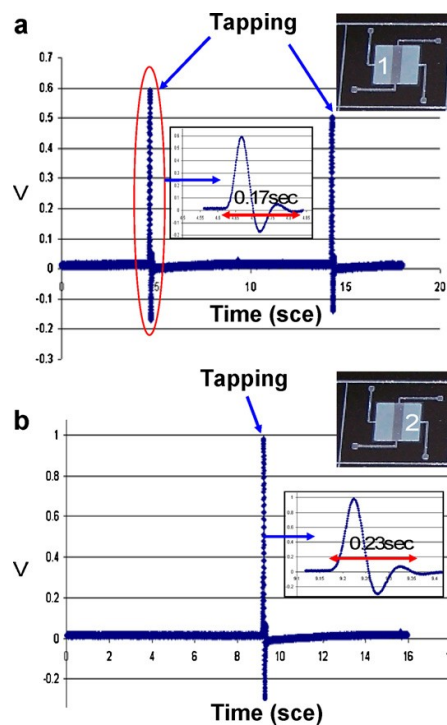


Figura 2.11: Resultados experimentales al presionar la muestra (12).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Al presionar de manera continuada se puede ver la reacción que muestra la figura 2.12, en esta figura se puede ver que el PVDF presenta la respuesta dinámica más habitual para piezoeléctricos. Según se puede observar a partir de la figura 2.12 los picos negativos corresponden a la compresión y los picos positivos a la expansión del material.

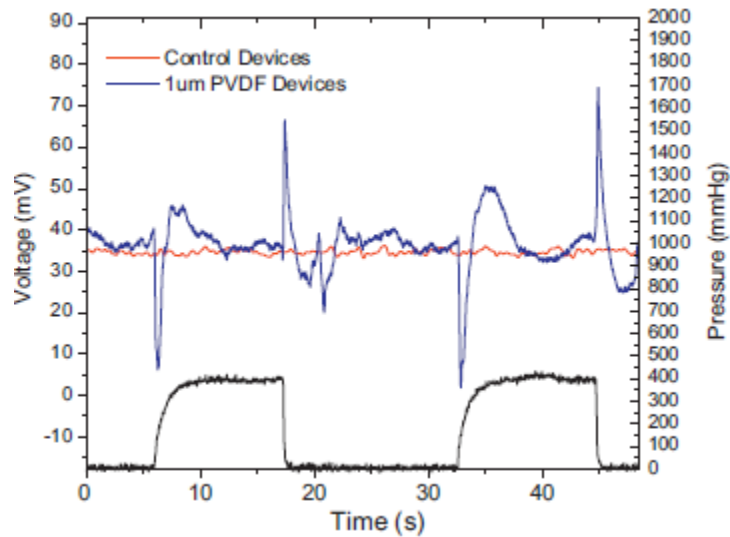


Figura 2.12: Respuesta del sistema PVDF-TrFE sometido a presión y ausencia de presión en el interior de la cámara (12).

3. Parte Experimental

3.1 Materiales

El PVDF que se usaron como matriz polimérica fue suministrado por Sigma-Aldrich cuyas propiedades son las especificadas por la empresa, tabla 2.1:

Propiedades	Valor numérico	Ensayo/Condiciones/Normativa aplicada
Presión de vapor	15 mmHg	-/32°C/-
Índice de fluidez	7.20(g/10min)	-/ 230°C y 12.5kg/-
Peso molecular promedio	M n ~ 107000 M w ~ 275000 por GPC	- GPC/-/-
Resistencia al impacto	2-4 ft-lb/in.	Izod / ASTM D 256)
constante dieléctrica	8,0-9,5,	100 Hz / (ASTM D 150
Dureza	76-80	Escala Shore D, ASTM D 2240
índice de refracción	n ₂₀ / D 1.42	-
ASTM D 3835	17,500-21,500 equilibrio	230 ° C, 100 seg -1
Temperatura de transición (Fragilidad en frío)	-62 ° C	ASTM D 746
Temperatura de fusión, T _m	166-170 ° C	ASTM D 3418
Densidad	1,78 g / ml	25 ° C

Tabla 3.1: Características generales PVDF suministrado por Sigma-Aldrich

El BaTiO₃ utilizado como refuerzo fue suministrado la empresa Nanostructured and Amorphous materials INC en forma de nanopartículas con estructura tetragonal, tamaño medio 200nm, un 99,9% de pureza y una densidad de 6,02 g/cm³.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

El material utilizado para llevar a cabo la el desarrollo de métodos para la caracterización piezoeléctrica fueron láminas de PVDF puro. En este proyecto también se describe la fabricación de probetas de PVDF con diferentes composiciones de BaTiO_3 ya que se utilizaron para el desarrollo del proyecto (31) que se realizó simultáneamente a este proyecto.

Además para la realización de los experimentos se emplearon distintos materiales auxiliares:

- Cable de cobre, diámetro $d=2$ mm.
- Pintura conductora con base plata. Circuit Works conduct epoxyadhesive, 14 gm.
- Bolas de Acero de diferentes masas: 0,51 gramos, 4,03 gramos y 13,92 gramos.
- Bender Clips.
- Osciloscopio. Rigol. Modelo X de la serie DS1000.
- Portamuestras rectangular de vidrio.
- Portamuestras circular de acero de diámetro. $d=15$ mm. Suministrado por Veeco
- Desmoldeante comercial. FREKOTE NC-44 suministrado por Loctite.
- Motor eléctrico desequilibrado de corriente continua.
- Base de apoyo.
- Fuente de Alimentación.
- Cutter.

3.2 Preparación de las muestras

3.2.1 Molienda mecánica de alta energía. HEBM

Para la realización de este proyecto se nos suministró el material en polvo previamente molido y realizada la dispersión de nanopartículas de BaTiO_3 . El proceso de dispersión de nanopartículas utilizado fue molienda mecánica de alta energía en condiciones criogénicas (HEBM criogénica) según el protocolo descrito en los trabajos (26) y (27).

Para obtener el polvo con la dispersión adecuada y en el tamaño de partícula deseado es necesario seguir los siguientes procesos:

1. Premolienda del polifluoruro de vinilidieno suministrado por Sigma-Aldrich con una picadora de aspas de acero Moulinex.
2. Molienda de Bolas de Alta Energía (en inglés, High Energy Ball Milling, HEBM) para las distintas composiciones de nanocompuestos.

Etapa 1: Premolienda del PVDF

El PVDF es suministrado en forma de granza, es necesario premolerlo para obtener una disminución del tamaño del polvo y una adecuada dispersión de las nanopartículas. Se realiza mediante trituración en una picadora de aspas hasta que llegue a tener aspecto de un polvo homogéneo.

Etapa 2: Molienda de Bolas de Alta Energía en condiciones criogénicas (HEBM)

En el caso del polvo utilizado en este proyecto la molienda se realizó en un molino mezclador MM400 de RETSCH con vasijas de acero de 50 ml y en su interior 15 bolas de acero de 9mm de diámetro como la que se puede ver en la figura 3.1. La cantidad de material introducido en cada vasija responde a las especificaciones del fabricante, para un volumen de 50 ml. Al llenar las vasijas primero se introducen las bolas y posteriormente se añade el polvo con la composición adecuada. Durante la molienda las vasijas son sometidas a un gran movimiento de manera constante.



Figura 3.1: Vasija de acero preparada para la molienda (24).

Para el polvo suministrado se realizó una molienda de tiempo efectivo una hora a 25 HZ. Durante toda la molienda se necesita asegurar condiciones criogénicas y para ello se introduce cada 5 minutos de molienda efectiva nitrógeno líquido durante 15 minutos. Esto hace que el tiempo total para conseguir preparar una muestra sea, aproximadamente, 4 horas, ya que además de los procesos de carga y descarga del molino se tiene que esperar durante los intervalos de enfriamiento.

En la siguiente figura 3.2 podemos apreciar como mediante premolido seguido por molienda mecánica de alta energía se consigue un polvo de tamaño de partícula muy pequeño con la dispersión adecuada. Hay que destacar la contaminación sufrida por el polvo, que aumenta según aumenta la cantidad de refuerzo de BaTiO_3 .



Figura 3.2: Polvo obtenido por molienda mecánica, de izquierda a derecha PVDF con 10% BaTiO_3 , 5%, 1% y 0% (31).

3.3 Preparación de las muestras

Para la realización de las probetas partimos de polvo de PVDF con distintas cantidades de BaTiO_3 , 0%, 1%, 5% y 10%, previamente obtenidos. Para la realización de este proyecto sólo se utilizaron las muestras correspondientes a PVDF puro, el resto se utilizaron para el desarrollo del proyecto que se llevo a cabo en paralelo con este (31).

3.3.1 Método de preparación de las muestras: Film+Sustrato

Se toma el polvo del porcentaje de BaTiO_3 requerido y con la ayuda de una espátula lo se dispone sobre un portamuestras circular de acero de diámetro 15mm que previamente se ha limpiado con etanol, para eliminar los restos del procesado que pudiera tener.

Estos portamuestras de acero, cargados con el polvo, se sitúan sobre otro portamuestras rectangular de vidrio, a razón de dos por portamuestras de vidrio, como vemos en la figura 3.3.

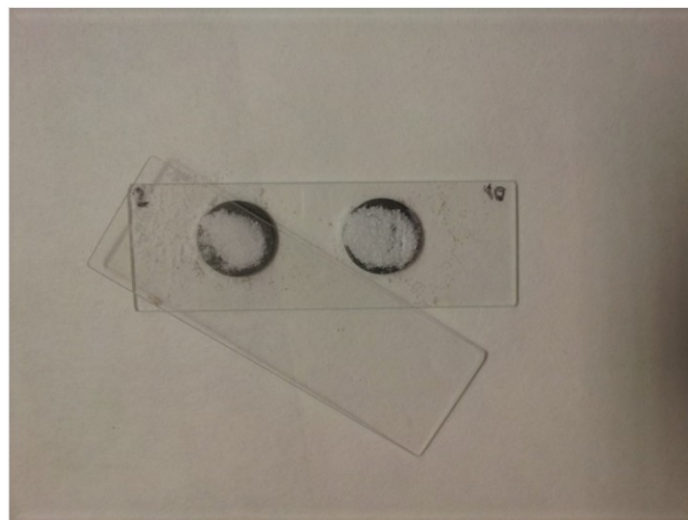


Figura 3.3: Montaje para la obtención de probetas film + sustrato. PVDF con 10% BaTiO_3 .

A continuación, se toma otro portamuestras de vidrio y se le da seis capas FREKOTE por un lado, esperando 5 minutos entre aplicaciones para asegurar que seque correctamente. Se sitúa este portamuestras de vidrio con cuidado, por el lado que hemos aplicado el FREKOTE, sobre la disposición porta de vidrio más portamuestras de acero. Sobre esta disposición tenemos que ejercer presión, por lo que apretaremos con 4 pinzas de oficina, como se puede observar en la Figura 3.4.

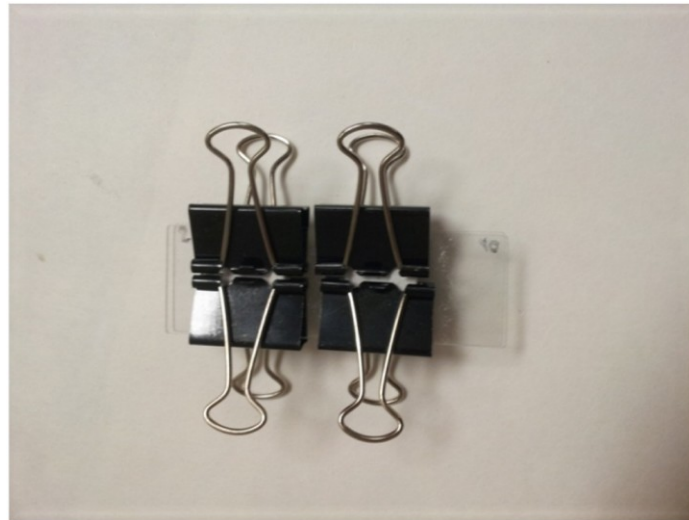


Figura 3.4: Montaje previo a la entrada en el horno.

Posteriormente se introduce el montaje en un horno de laboratorio, previamente precalentado, 30 minutos a 200°C.

Se extrae al aire rápidamente y se deja enfriar. Posteriormente se extraen las muestras que se compondrán de un film de PVDF, con la proporción de BaTiO_3 que hayamos introducido, unido con el portamuestras de acero que actuará de electrodo.

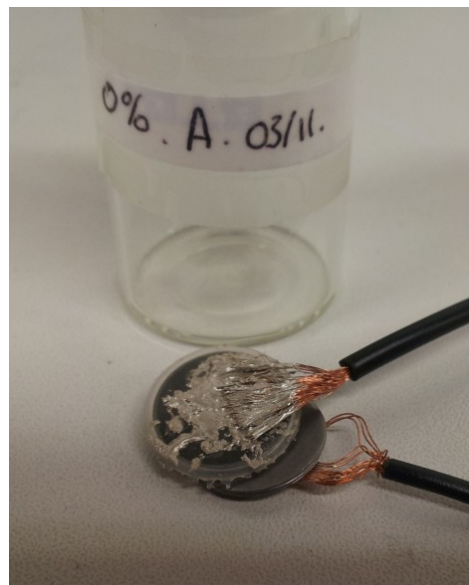


Figura 3.5: Muestra preparada por el método film + sustrato muestra correspondiente a PVDF puro.

3.3.2 Preparación de muestras

Habitualmente se preparan 8 muestras en un mismo lote, en cada pareja de portamuestras de vidrio situaremos 2 portamuestras de acero, los cuales llevarán polvo de PVDF con la misma composición, que al ser obtenidos el mismo día con un tratamiento térmico idéntico serán más fácilmente comparables.

En este proyecto sólo se trabajará con muestras de PVDF puro, pero dado que las muestras de PVDF puro y modificado con distintas cantidades de BaTiO_3 (1%, 5% y 10%, en peso) han sido fabricadas simultáneamente se comentaran brevemente.

3.4 Electrodos

Se necesitan dos puntos para poder medir la diferencia de potencial que se genera entre los dos extremos del film de PVDF (o PVDF con BaTiO_3) en cualquiera de los tres experimentos diseñados.

En los experimentos vertical e inclinado se deja caer una bola a través de un tubo para que golpe sobre la muestra y la diferencia de potencial que genera ese golpe es captada mediante un osciloscopio. Se diferencian en que en el experimento vertical el tubo por el cual se lanza la bola está situado verticalmente y en el inclinado se sitúa formando un ángulo con la horizontal lo que hace que la bola ruede sobre la pared.

El experimento del motor consiste básicamente en utilizar un motor desequilibrado unido a un cantiléver para golpear repetidamente la muestra y recoger la variación en el voltaje que sufra la muestra de manera continua.

Para la realización de los experimentos las muestras obtenidas de PVDF está adherido a una base de acero que actuará como electrodo, esta base de acero se une a un cable de cobre mediante un pegamento bicomponente conductor con base de plata, Circuit Works conduct epoxyadhesive, 14 gm. Este cable de cobre se conecta con el canal 1 del osciloscopio, mientras que el otro punto que se necesita para obtener el potencial se conseguimos uniendo la sonda del osciloscopio con una base metálica en contacto con la muestra como sucede en el experimento vertical o inclinado o uniendo la sonda del osciloscopio a una cilindro de acero en contacto con el film que actuará como segundo electrodo en el experimento del motor.

Se puede ver en detalle en la figura 3.5.

3.5 Osciloscopio

El osciloscopio ha sido suministrado por RIGOL y es de la serie DS1000(32). Y es el que se puede ver en la figura 3.6 y los distintos elementos de su frontal en la figura 3.7.



Figura 3.6: Fotografía del osciloscopio utilizado.

Como características generales del osciloscopio podemos destacar:

- Capacidad de almacenamiento mediante USB.
- Pantalla TFT LCD con resolución 320x234.
- Botón de ajuste automático.
- Cursor automático para realizar mediadas.
- Intensidad de onda ajustable.
- Ajuste automático de forma de onda.
- Cursores automáticos.
- Función FFT, contador de frecuencia.
- Filtros digitales (LPF, HPF, BPF, BRF).
- Grabador de forma de onda, graba y reproduce formas de onda dinámica.
- Suma, resta y multiplica funciones matemáticas.
- Sensibilidad ajustable del TRIGGER

El osciloscopio posee dos canales para la adquisición de información, aunque para la realización de los experimentos solo utilizaremos una de ellas. La toma de datos la realizaremos a través de unas pinzas tipo cocodrilo y una sonda (utilizaremos en x1) que situaremos para recoger la diferencia de potencial que se genera en nuestra probeta.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Es clave para tomar la información correctamente que la fracción de tiempo y el voltaje que tomamos sea correcto.

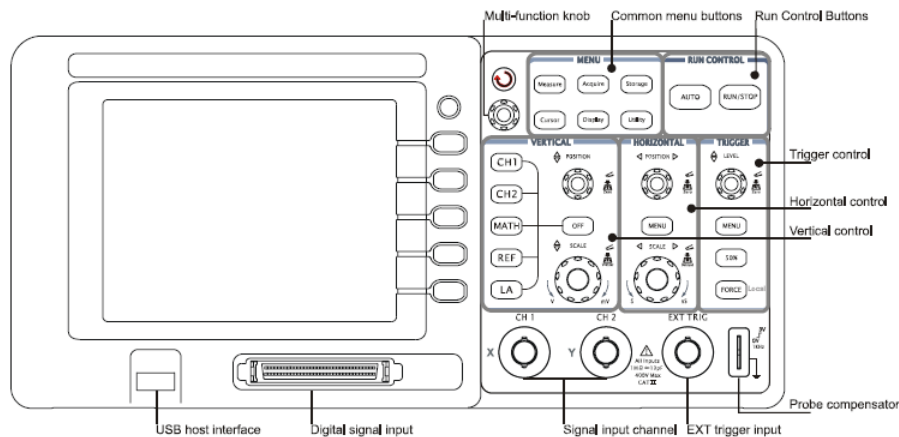


Figura 3.7: Panel Frontal de control (32).

En la pantalla se nos muestran indicadores que nos informan del modo en que nos encontramos, así como la división temporal y el voltaje al que estamos trabajando.

Para el experimento vertical e inclinado trabajaremos con una tomamos un voltaje de 0,5V y una fracción de tiempo de 500ms, mientras que en el experimento del motor trabajaremos con un voltaje de 2V y una fracción de tiempo de 200 ms.

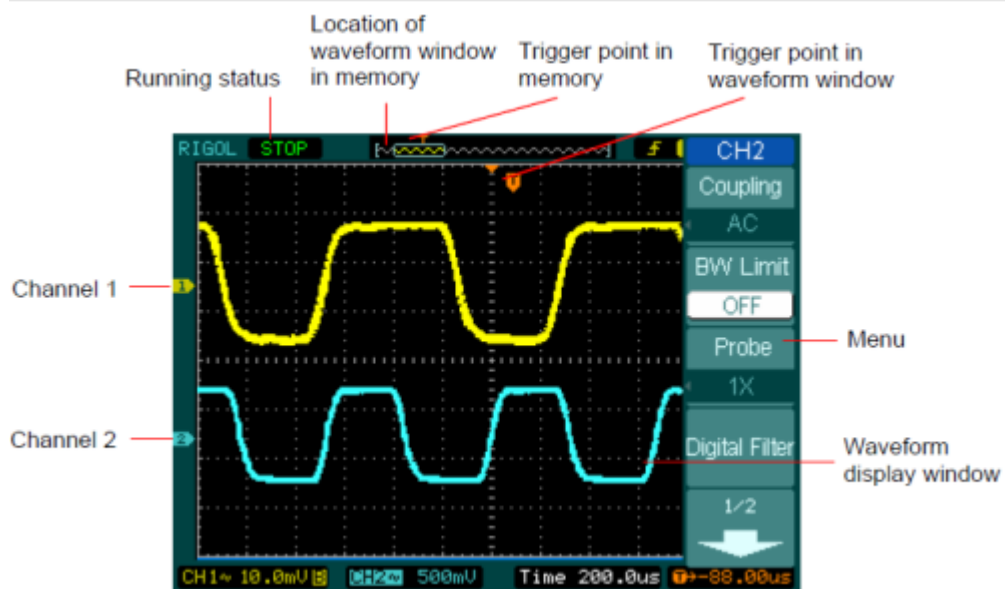


Figura 3.8: Imagen correspondiente a la pantalla del osciloscopio para ilustrar la existencia de dos canales de registro, la posición del menú y las divisiones temporales (32).

Para la realización de las medidas, después de situar la división temporal y el voltaje máximo definido, se pulsa el botón “Measure” con las especificaciones: CVD, Fine. Se pulsa “External” para poder guardar las medidas directamente en una memoria externa donde se almacenarán los datos para posteriormente hacer análisis de los datos obtenidos en Excel.

3.6 Caracterización inicial

Uno de los objetos fundamentales de este proyecto es la búsqueda de un método para poder caracterizar piezoeléctricamente el PVDF. Para ello, hemos desarrollado tres configuraciones.

Primero haremos una revisión sobre las primeras aproximaciones que utilizamos y le evolución que hemos seguido hasta llegar a describir los experimentos finales que hemos utilizado.

3.6.1 Selección del método y protocolo de medidas de las propiedades piezoeléctricas del material

Comenzamos realizando ensayos de compresión en una máquina universal de ensayos Shimadzu Autograph AG-I con dos células de carga 1kN y 5 kN como la que se muestra en la figura 3.9. Entre los platos situábamos, en este orden, una fina capa de teflón, electrodo, muestra, electrodo, teflón. Con la introducción del teflón buscábamos separar eléctricamente los platos de los electrodos. La extracción de la medida la realizamos a través de un multímetro.



Figura 3.9: Máquina universal de ensayos empleada.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

La realización de las medidas mediante este ensayo presenta varios problemas:

- Al bajar los platos y ejercer presión la diferencia de potencial que se nos genera entre los electrodos es puntual, existe un pico y luego se relaja y para la misma presión no obtenemos una diferencia de potencial apreciable en el potenciómetro. Esto hace que el potenciómetro no sea el mejor instrumento para obtener estos datos.
- Uno de los mayores inconvenientes era que no se conseguía con este desarrollo la rapidez necesaria para la aplicación de los ciclos de carga y descarga.
- Por último, los separadores de teflón se desplazan y deforman al aplicar presión, lo que hace que la presión no se aplique uniaxialmente y el experimento no sea tal cual como lo hemos planeado.

En los siguientes experimentos buscamos conseguir:

- Que la aplicación de la fuerza sea lo más puntual e instantánea posible y que se aplique uniaxialmente. Además que sea suficientemente baja para no superar el límite elástico del material.
- Que el método de extracción de los datos pueda representar una evolución temporal.

Estos problemas y búsquedas de soluciones nos llevan a los métodos de caracterización empleados que describiremos en el siguiente apartado.

3.7 Métodos de caracterización empleados

Los requerimientos que se nos presentaron nos llevaron a idear tres métodos de caracterización. En este apartado se comenzará a describir la metodología empleada.

3.7.1 Experimento vertical

En la figura 3.10 se muestra una fotografía del montaje experimental empleado en el experimento vertical. El dispositivo consiste en un tubo de plástico, que mantenemos vertical mediante unas abrazaderas, por el que lanzaremos las bolas de distintas masas sobre la muestra que se encuentra entre dos electrodos sobre la base de acero, estos electrodos son los que se unen mediante cables de cobre al osciloscopio.



Figura 3.10: Imagen general del montaje del experimento vertical.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

La fuerza que genera la caída de la bola sobre la muestra hace que se produzca una diferencia de potencial que podemos registrar en el osciloscopio. Para asegurar la caída de la bola en el punto adecuado tenemos un cilindro de plástico del tamaño aproximado de la bola (en nuestro caso de la bola más grande) que hace que la bola golpee en la zona adecuada, figura 3.11, esto no siempre es así y hace que a veces al lanzar la bola no obtengamos señal o la señal sea menor que la que obtendríamos si el golpe fuera efectivo. La medida correcta se produce cuando se produce un choque inelástico de la bola sobre la probeta ya que le permite recuperarse. Y esto lo apreciamos porque existe un rebote, o varios. En la tabla 3.2 podemos ver las condiciones utilizadas para el experimento vertical.

Número de Bolas	3	Masa (g)	NºLanzamientos	Altura del lanzamiento (cm)
	Bola Pequeña	0,51 g	10	75 cm
	Bola Mediana	4,03 g	10	75 cm
	Bola Grande	13,92 g	10	75 cm

Tabla 3.2: Condiciones del experimento vertical.

Para comparar resultados realizaremos este experimento sobre muestras de PVDF puro de las series A y B.

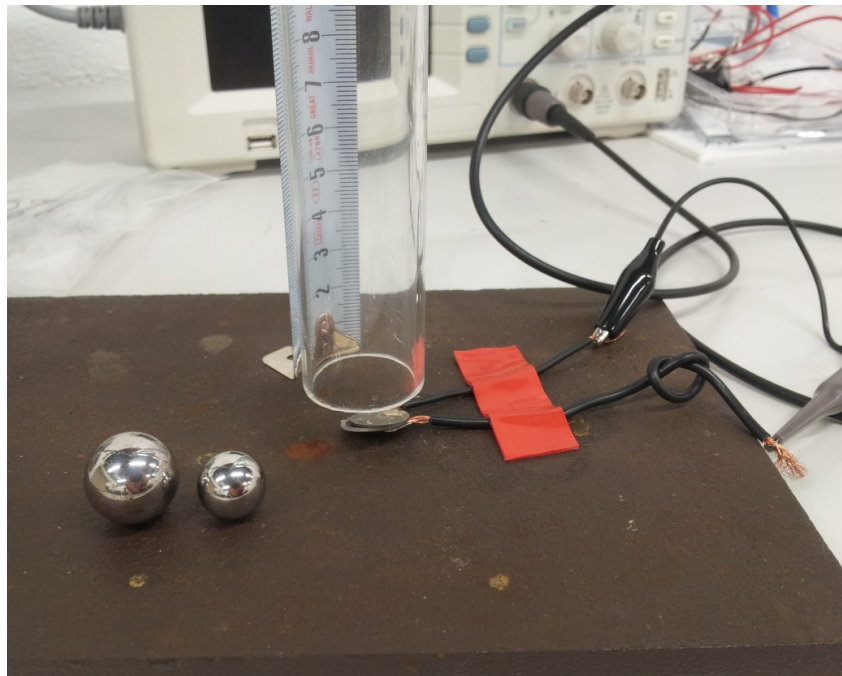


Figura 3.11: Detalle del punto de golpeo de la bola en el experimento vertical.

3.7.2 Experimento inclinado

En la fotografía de la figura 3.12 se muestra una imagen general del montaje experimental correspondiente al experimento inclinado como se puede observar el montaje experimental es similar al descrito anteriormente pero varía en que el cilindro plástico en vez de situarlo en vertical lo situamos oblicuo para que la bola ruede sobre su pared y el golpe sobre la muestra, que se sitúa entre los electrodos, sea más localizado que en el método anterior. El ángulo que tiene el cilindro sobre la horizontal son 45° y la altura inicial desde la que se lanzan las bolas es aproximadamente 60 cm.

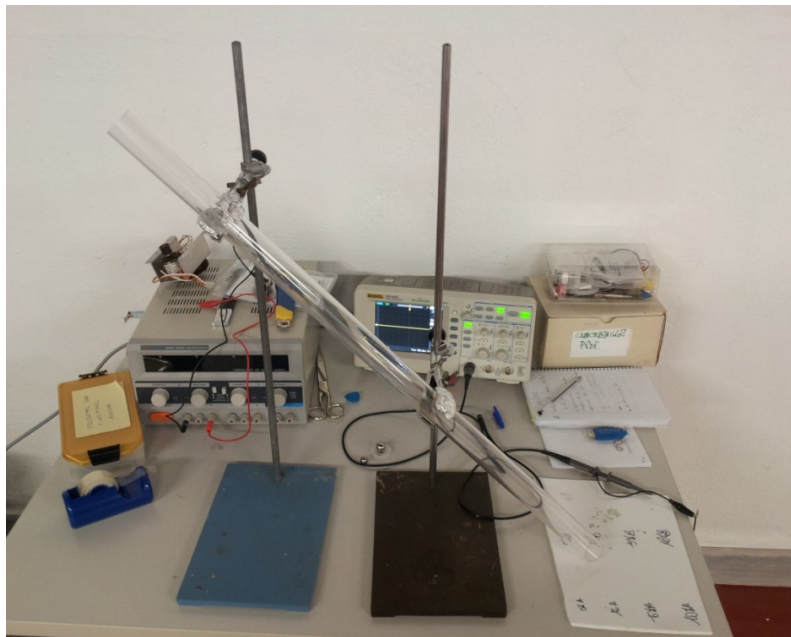


Figura 3.12: Imagen general del montaje del experimento inclinado.

En la siguiente fotografía, figura 3.13, podemos ver un detalle de la zona de golpeo de la bola mostrándonos como se fijan los electrodos y como se sitúa la muestra.

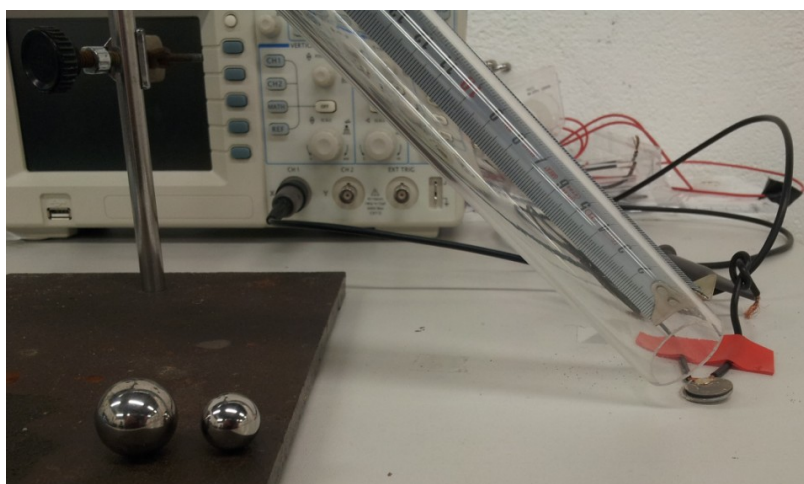


Figura 3.13: Detalle zona de golpeo en el experimento inclinado.

3.7.3 Experimento del motor

En la figura 3.14 podemos ver una imagen general del montaje del experimento del motor, en la parte izquierda de la fotografía podemos ver el motor desequilibrado mediante una masa unida a su eje de giro, también se observa el cantiléver con la punta metálica que golpea un cilindro de acero que transmite la energía a la muestra.

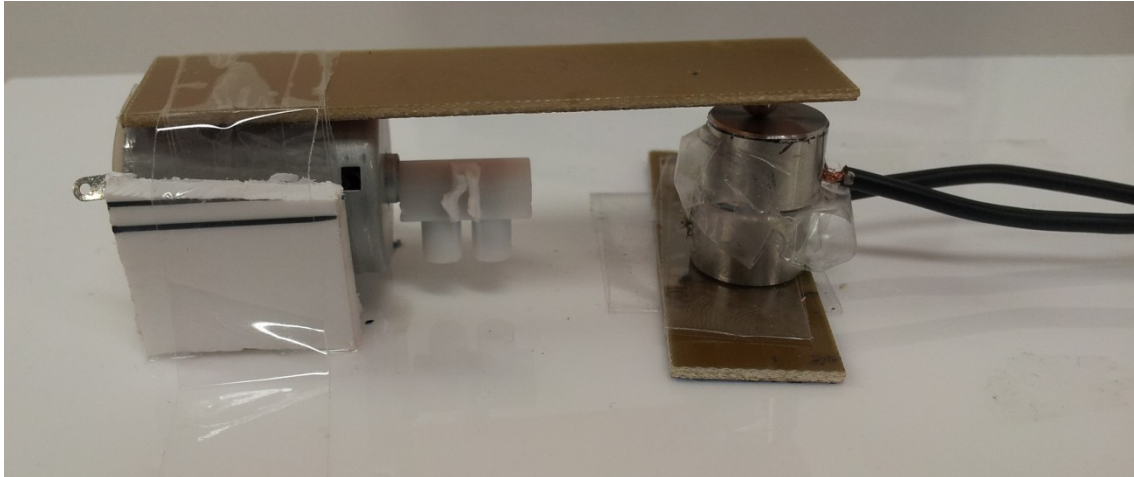


Figura 3.14: Imagen general del montaje del experimento del motor.

La principal característica de este método es que es un método dinámico. Se base en la sucesión de golpes que realiza una pequeña punta metálica, figura 3.15, sobre la probeta. Los golpes producidos por la punta ejercen la fuerza que necesitamos sobre la probeta, estos golpes se generan a partir de la vibración del motor que está desequilibrado. Este motor se alimenta mediante una fuente de alimentación de corriente continua variando la velocidad de vibración mediante la tensión que le aplicamos.

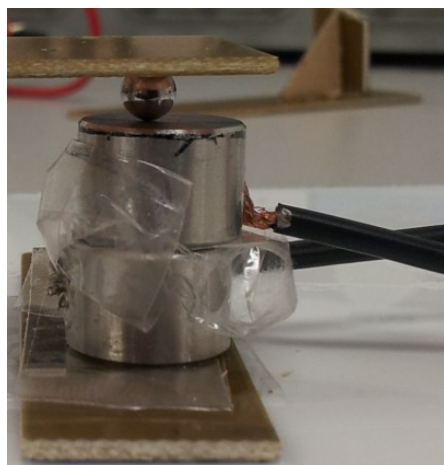


Figura 3.15: Detalle de la zona de golpeo en el experimento del motor.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

La diferencia de potencial entre los electrodos se extrae en continuo hacia el osciloscopio, un electrodo está conectado a la sonda del osciloscopio mediante un cocodrilo y el otro electrodo se sitúa bajo la probeta, es un electrodo de acero y lo conectamos a la salida 1 del osciloscopio a través de un cable de cobre. La forma de la onda que extraemos del montaje varía según la tensión que aplicamos al motor, es necesario hacer varias pruebas para saber cuál es la tensión ideal para realizar el experimento. Este método lo realizamos sobre distintas series completas de probetas para comprobar la reproducibilidad de los experimentos ensayados.

3.7.4 Comparación entre los métodos de caracterización empleados

En la tabla 3.3 se recoge a modo de resumen las principales ventajas y desventajas de cada uno de los métodos empleados. Distinguiendo entre ensayos estáticos y dinámicos.

Método		Ventajas	Desventajas
Estáticos	Vertical	<ul style="list-style-type: none"> • Fácil controlar la energía que posee la bola, por tanto la que se aplica sobre la muestra. $E_p = m \cdot g \cdot h$ • Fácil observar cuando el golpeo es efectivo, ya que se produce rebote, choque inelástico. 	<ul style="list-style-type: none"> • Muy complicado conseguir que la bola impacte en la misma posición, pudiendo golpear el cable del electrodo o la pintura de plata. Lo que hace que el lanzamiento no sea válido. • Tiempo de ensayo elevado. Hay que realizar varias medidas y tratar los datos obtenidos para poder dar un valor representativo de voltaje para cada % de BaTiO₃ y serie.
	Inclinado	<ul style="list-style-type: none"> • Más fácil localizar el impacto que en el experimento vertical, la bola rueda por un latera del tubo. • Más difícil que no se produzca un golpeo inelástico ya que la bola sale del sistema una vez que golpea con la muestra. 	<ul style="list-style-type: none"> • Existe rozamiento con la pared del tubo y posibles desplazamientos horizontales sobre esta lo que hace más difícil conocer la energía que lleva la bola en el momento del impacto. • La bola sale disparada y no se produce rebote dentro del cilindro lo que hace que sea más difícil saber cuando el golpeo es efectivo. • Tiempo de ensayo elevado. Motivos similares al experimento inclinado.
Dinámicos	Motor	<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de ensayo reducido, en poco tiempo se puede conseguir una gran cantidad de medidas. • Fácil localizar el punto de impacto de la punta, se puede mover la muestra hasta que el golpe sea efectivo. 	<ul style="list-style-type: none"> • Dificultad para conocer exactamente la energía que estamos aplicando sobre la muestra, la energía depende de la tensión del motor, la longitud del cantiléver y la descompensación del motor que hace que vibre. • La gran cantidad de golpes que se realizan puede hacer que se polarice la muestra, haciendo que la tensión sea mayor que ante una muestra sin polarizar.

Tabla 3.3: Comparativa ventajas/ desventajas de los métodos de caracterización propuestos.

4. Resultados

4.1 Experimento Vertical

En este apartado se presentaran los resultados obtenidos después de realizar los ensayos anteriormente propuestos sobre muestras de PVDF de las series A y B obtenidas siguiendo el proceso que se detalla en el apartado 3.3. En la figura 4.1 se muestra los datos recogidos en la pantalla del osciloscopio para lanzamientos con bolas de distinta masa.

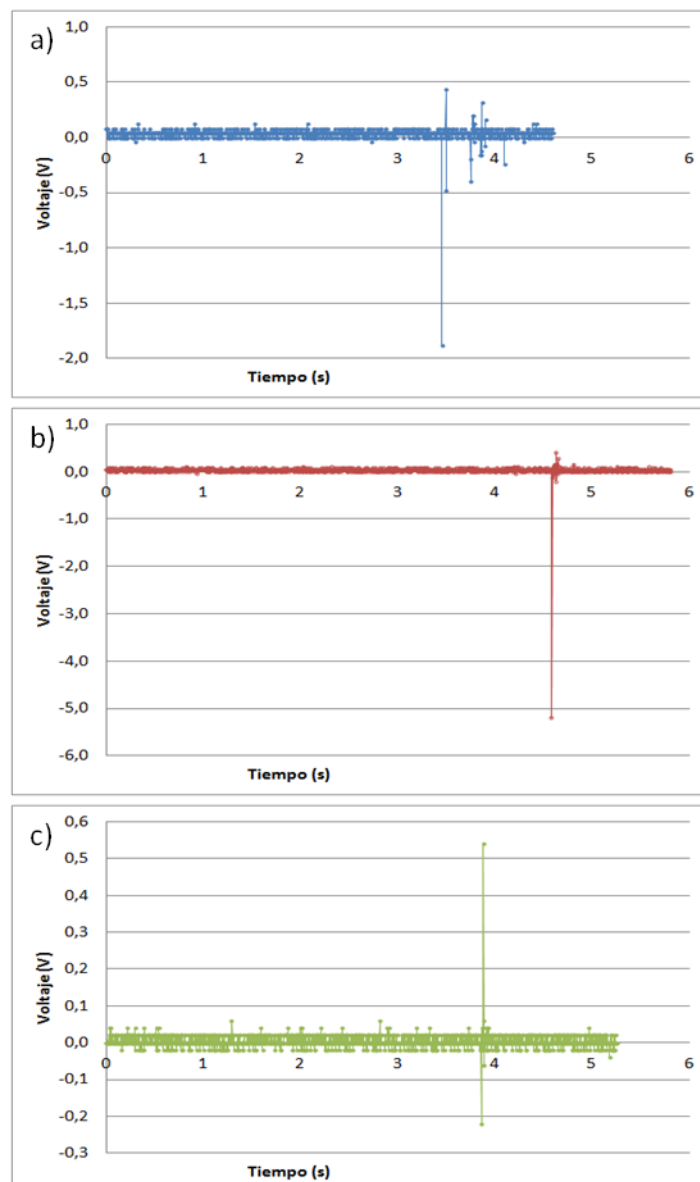


Figura 4.1: Valores del voltaje registrado en el osciloscopio para el experimento vertical al lanzar: a) Bola grande (lanzamiento 5) b) Bola mediana (lanzamiento 4) c) Bola pequeña (lanzamiento 3).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

En el ejemplo de lanzamiento a) de la figura 4.1 se observa primero un mínimo a voltajes negativos que se puede atribuir a la respuesta del material a compresión seguido de un máximo a voltajes positivos correspondiente a la expansión, este máximo es menor en valor absoluto que el mínimo. Cuando se ejerce una presión de compresión sobre el PVDF, la corriente fluye en una dirección. Por el contrario, cuando se retira esta fuerza, el material recupera su forma original y la corriente fluye en la dirección contraria. También se puede apreciar en la figura como después del primer máximo y mínimo existen otros de menores dimensiones correspondientes al rebote de la bola sobre el material. Estos rebotes son claramente apreciables en la figura 4.1 a) son menos perceptibles en la 4.1 b) y no parecen existir en c). Esta observación puede ser debida a la ventana de tiempo utilizada en cada experimento. La forma que presentan estos lanzamientos es muy similar a la que obtienen en el artículo (11) al aplicar una tensión intermitente sobre su muestra (véase figura 2.11.).

Se puede observar que para la bola grande es mayor, en valor absoluto, el voltaje en la expansión que en la compresión, esto puede ser debido a que el osciloscopio no haya sido capaz de registrar correctamente el valor del pico negativo en el lanzamiento.

En los siguientes apartados se procederá a la representación de los datos obtenidos en el experimento vertical, a través de tablas y figuras, donde se refleja el voltaje obtenido en cada uno de los lanzamientos. Posteriormente se aplicará un tratamiento de datos para conseguir un valor de tensión para cada energía (determinada por la masa de la bola) y serie. En el apartado 4.2.7 se comparan los valores obtenidos y se discuten los resultados.

En el ensayo vertical las únicas muestras utilizadas son las correspondientes a PVDF puro por lo tanto en los siguientes apartados se distinguirán los experimentos realizados según la serie en la que se obtuvo la muestra (serie A o serie B) y la masa de la bola utilizada para el experimento (bola pequeña, mediana o grande) la masa de cada una de estas bolas se puede ver en la tabla 3.2.

4.1.1 Bola pequeña. Serie A

En la figura 4.2 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola pequeña en la serie A. La línea sólida que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.1 se pueden ver los valores de voltaje obtenidos en los distintos lanzamientos sobre la muestra, observando la figura vemos como algunos de los datos se alejan del valor de la media y esos datos serán los que busquemos eliminar mediante el proceso de tratamiento de datos.

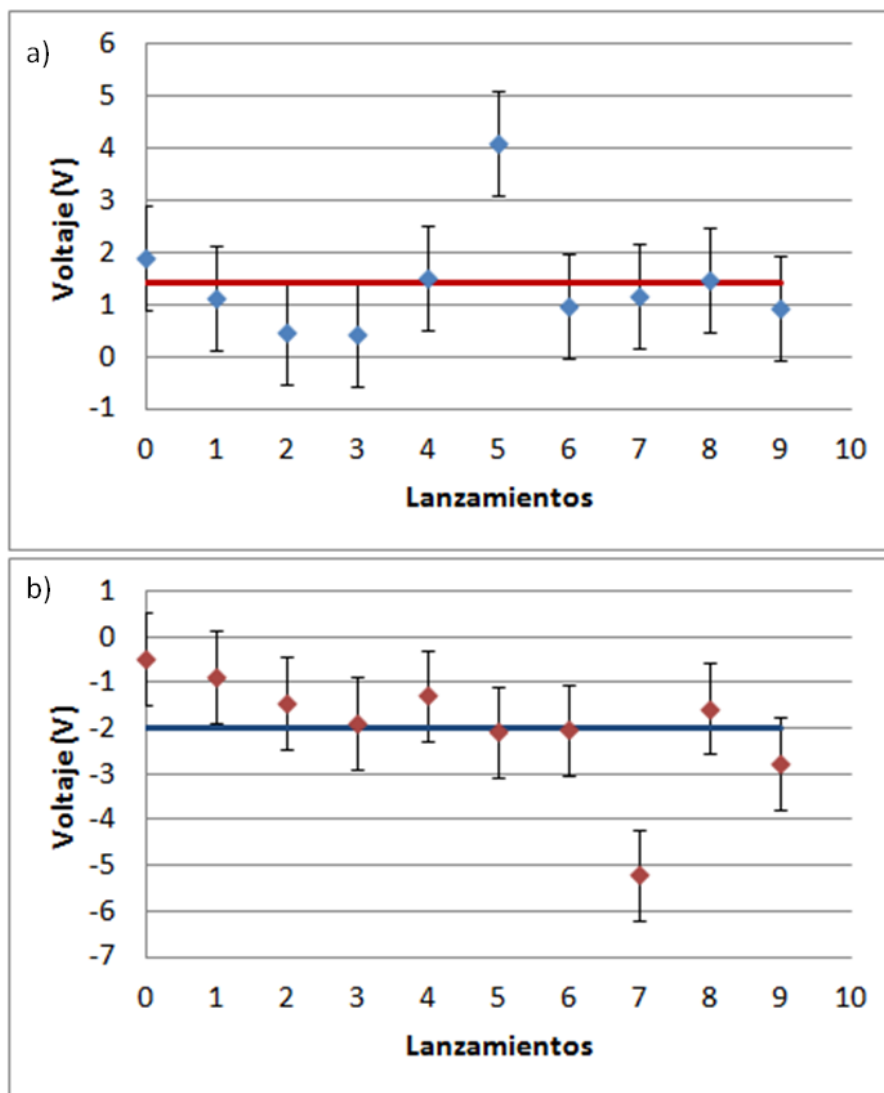


Figura 4.2: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

A	BOLA PEQUEÑA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	1,88	-0,48
	1	1,12	-0,88
	2	0,48	-1,44
	3	0,44	-1,88
	4	1,52	-1,28
	5	4,08	-2,08
	6	0,96	-2,04
	7	1,16	-5,2
	8	1,48	-1,56
	9	0,92	-2,76
	Media (V)	1,4	-2,0
	Desviación (V)	1	1

Tabla 4.1: Resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa.

Para los valores de voltaje máximo solo vemos un valor que se aleje del valor de voltaje de la media su valor de desviación, el lanzamiento 5, donde supondremos que se ha producido un error en la medida experimental y procedemos a eliminar ese resultado. En los valores de voltajes mínimos ocurre en tres ocasiones para el lanzamiento 0,1 y 7. En la tabla 4.2 y en la figura 4.3 podemos ver los valores de voltaje una vez eliminados los lanzamientos que se alejan de la media así como el nuevo cálculo de la media y la desviación típica que ya serán los valores finales una vez aplicado el tratamiento de datos que se muestran en la tabla 4.3

A	BOLA PEQUEÑA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	1,88	
	1	1,12	
	2	0,48	-1,44
	3	0,44	-1,88
	4	1,52	-1,28
	5		-2,08
	6	0,96	-2,04
	7	1,16	
	8	1,48	-1,56
	9	0,92	-2,76
	Media (V)	1,1	-1,9
	Desviación (V)	0,5	0,5

Tabla 4.2: representación de los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa, una vez eliminados los valores que se alejan de la media.

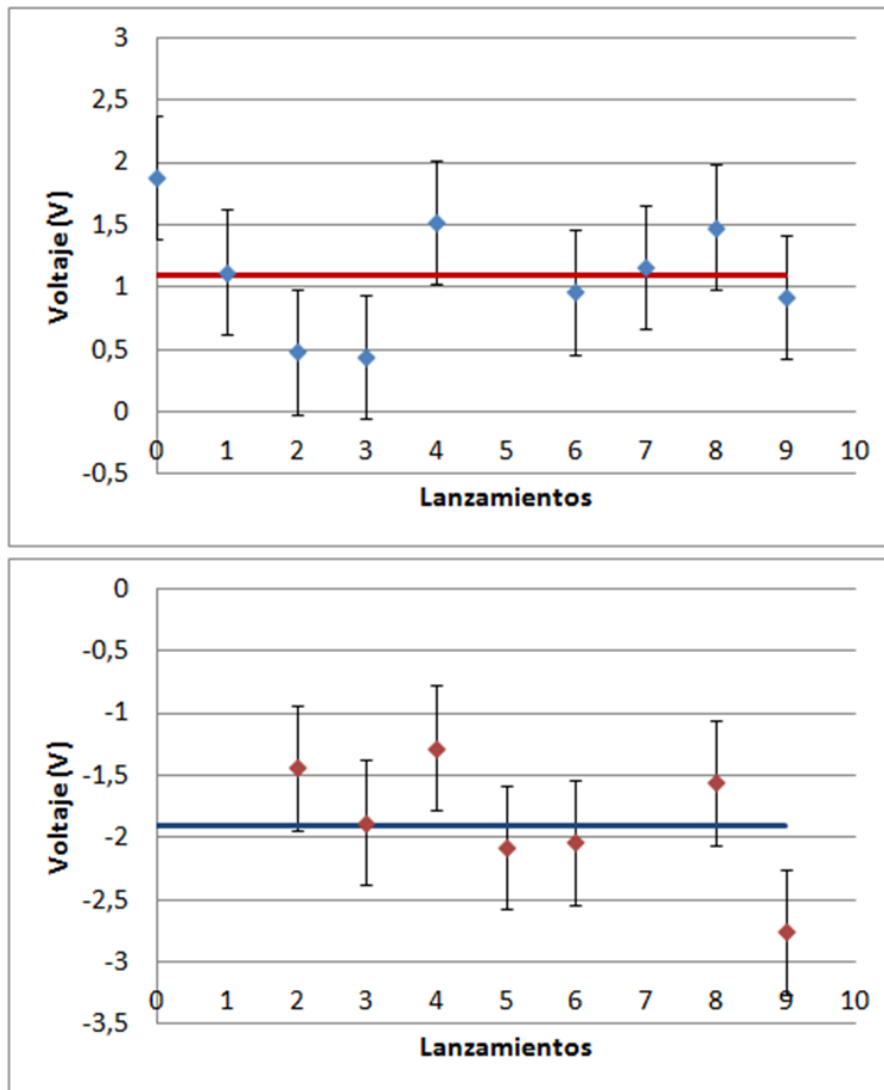


Figura 4.3: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa, una vez eliminados los valores que se alejan de la media. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Serie A. Bola pequeña		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	1,1	0,5
Mínimo	-1,9	0,5

Tabla 4.3: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de menor masa.

4.1.2 Bola Mediana. Serie A

En la figura 4.4 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola mediana en la serie A. La línea sólida que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.4 se pueden ver los valores obtenidos sobre los que se aplica el tratamiento de datos aplicado en el apartado 4.1.1 para obtener el valor de voltaje que se muestra en la tabla 4.5. En la tabla 4.4 y en la figura 4.4 no se ha incluido el valor correspondiente al lanzamiento 1, ese valor se eliminó de la representación porque está tan alejado del resto de valores que hace que la media y la desviación obtenidas no tuvieran sentido, por tanto se considera como un error en la medición.

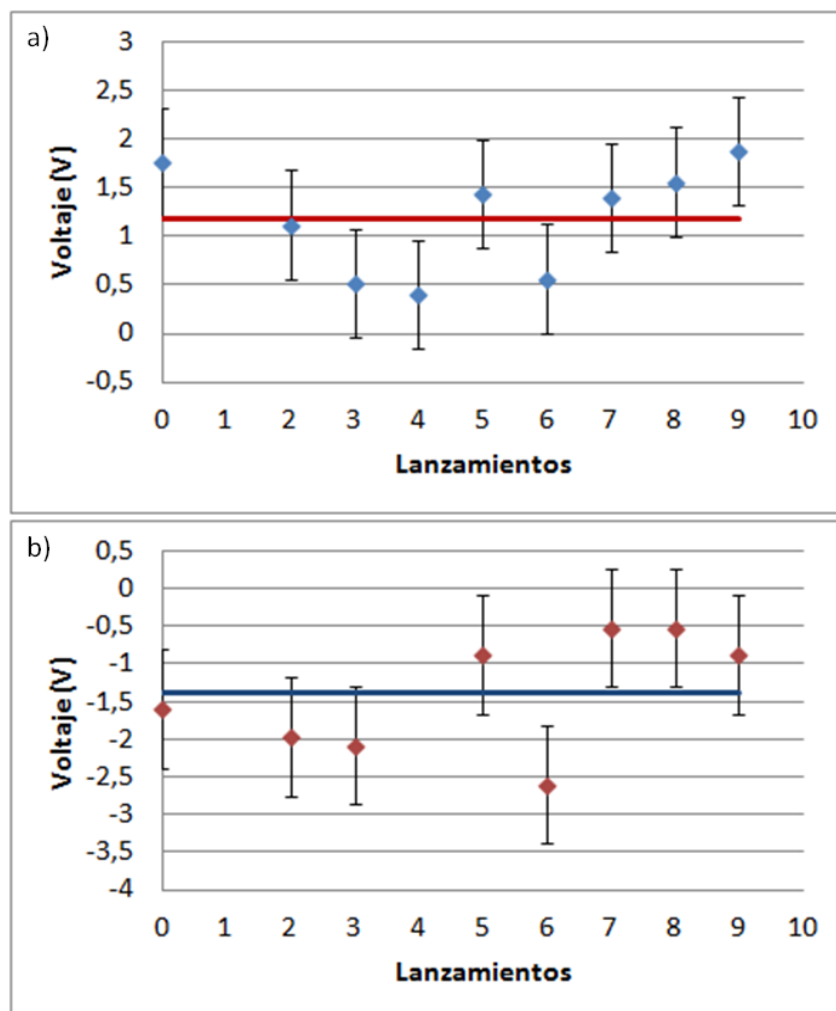


Figura 4.4: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

A	BOLA MEDIANA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	1,76	-1,6
	1		
	2	1,12	-1,96
	3	0,52	-2,08
	4	0,4	
	5	1,44	-0,88
	6	0,56	-2,6
	7	1,4	-0,52
	8	1,56	-0,52
	9	1,88	-0,88
	Media (V)	1,2	-1
	Desviación (V)	0,6	0,8

Tabla 4.4: Resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia.

Serie A. Bola mediana		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	1,5	0,2
Mínimo	-1,5	0,6

Tabla 4.5: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de masa intermedia.

4.1.3 Bola Grande. Serie A

En la figura 4.5 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola grande en la serie A. La línea sólida que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.7 se recogen los valores de voltaje obtenidos después de realizar el tratamiento de datos descrito en el apartado 4.1.1 sobre los valores de voltaje recogidos en la tabla 4.6.

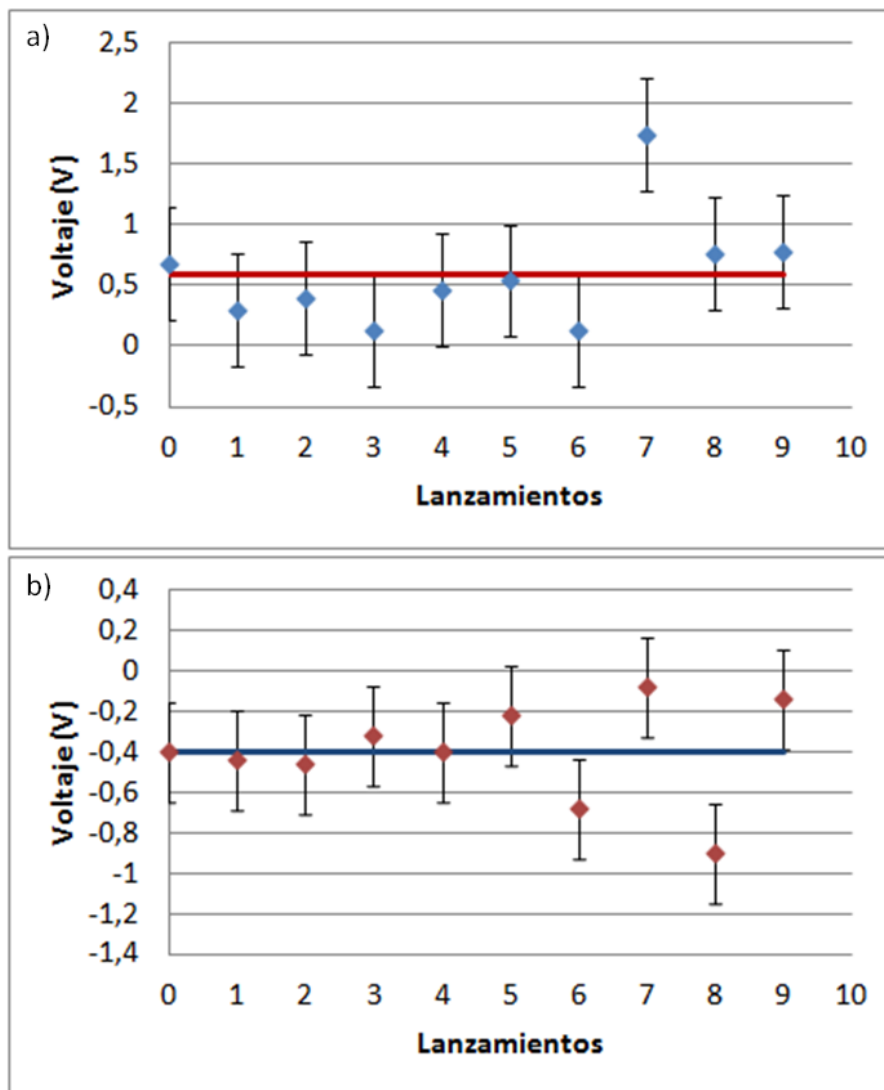


Figura 4.5: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de mayor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

A	BOLA GRANDE	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,68	-0,4
	1	0,3	-0,44
	2	0,4	-0,46
	3	0,14	-0,32
	4	0,46	-0,4
	5	0,54	-0,22
	6	0,14	-0,68
	7	1,74	-0,08
	8	0,76	-0,9
	9	0,78	-0,14
	Media (V)	0,6	-0,4
	Desviación (V)	0,5	0,2

Tabla 4.6: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de mayor masa.

Serie A. Bola grande		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,6	0,5
Mínimo	-0,4	0,2

Tabla 4.7: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de mayor masa.

4.1.4 Bola pequeña. Serie B

En la figura 4.6 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola pequeña en la serie B. La línea sólida que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.8 se pueden ver los valores obtenidos sobre los que se ha aplicado el tratamiento de datos mostrado en el apartado 4.1.1 para obtener el resultado final, véase tabla 4.9. En la tabla 4.8 y figura 4.6 no existe el valor correspondiente al lanzamiento 2, ese valor se eliminó de la representación porque está tan alejado del resto de valores que hacía que la media y la desviación obtenidas no tuvieran sentido, por tanto se considera como un error en la medición.

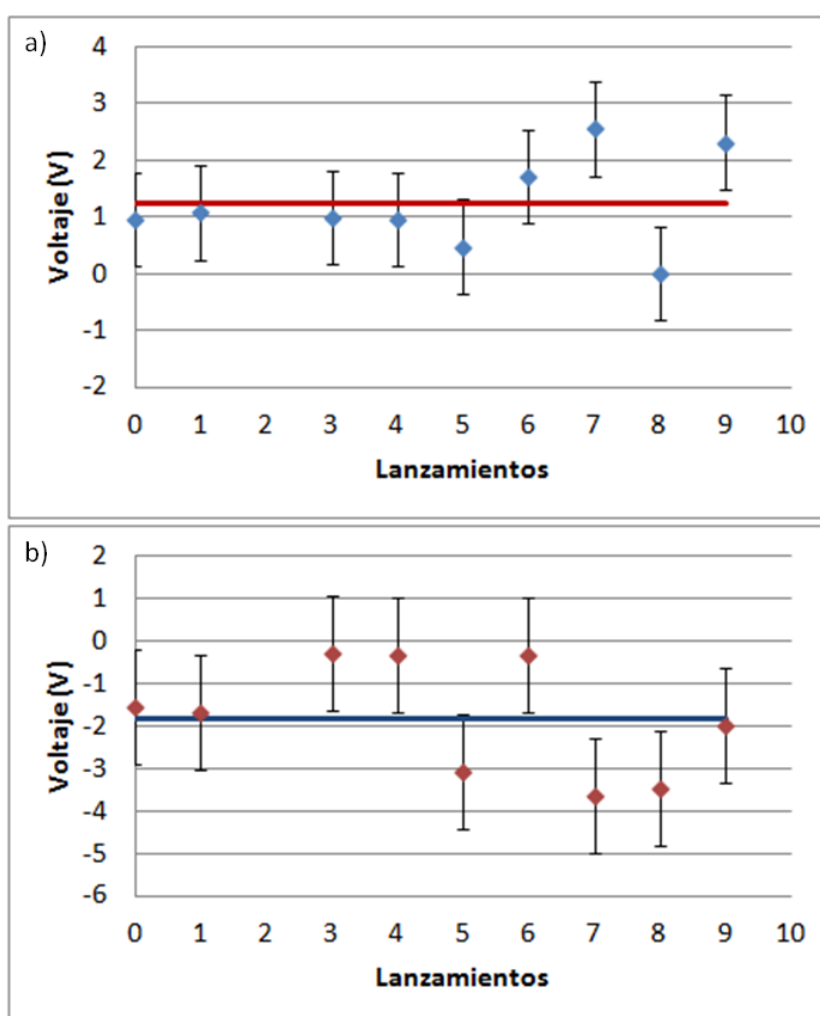


Figura 4.6: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de menor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

B	BOLA PEQUEÑA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,96	-1,56
	1	1,08	-1,68
	2		
	3	1	-0,28
	4	0,96	-0,32
	5	0,48	-3,08
	6	1,72	-0,32
	7	2,56	-3,64
	8	0	-3,48
	9	2,32	-2
	Media (V)	1,2	-1,8
	Desviación (V)	0,8	-1

Tabla 4.8: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de menor masa.

Serie B. Bola pequeña		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	1,0	0,4
Mínimo	-2,1	0,7

Tabla 4.9: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de menor masa.

4.1.5 Bola mediana. Serie B

En la figura 4.7 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola mediana en la serie B. La línea sólida, roja en el caso de los valores máximos, azul en el caso de los valores mínimos, que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.10 se representan los valores obtenidos sobre los que se aplica el mismo tratamiento de datos que en el apartado 4.1.1 para obtener el resultado final, tabla 4.11.

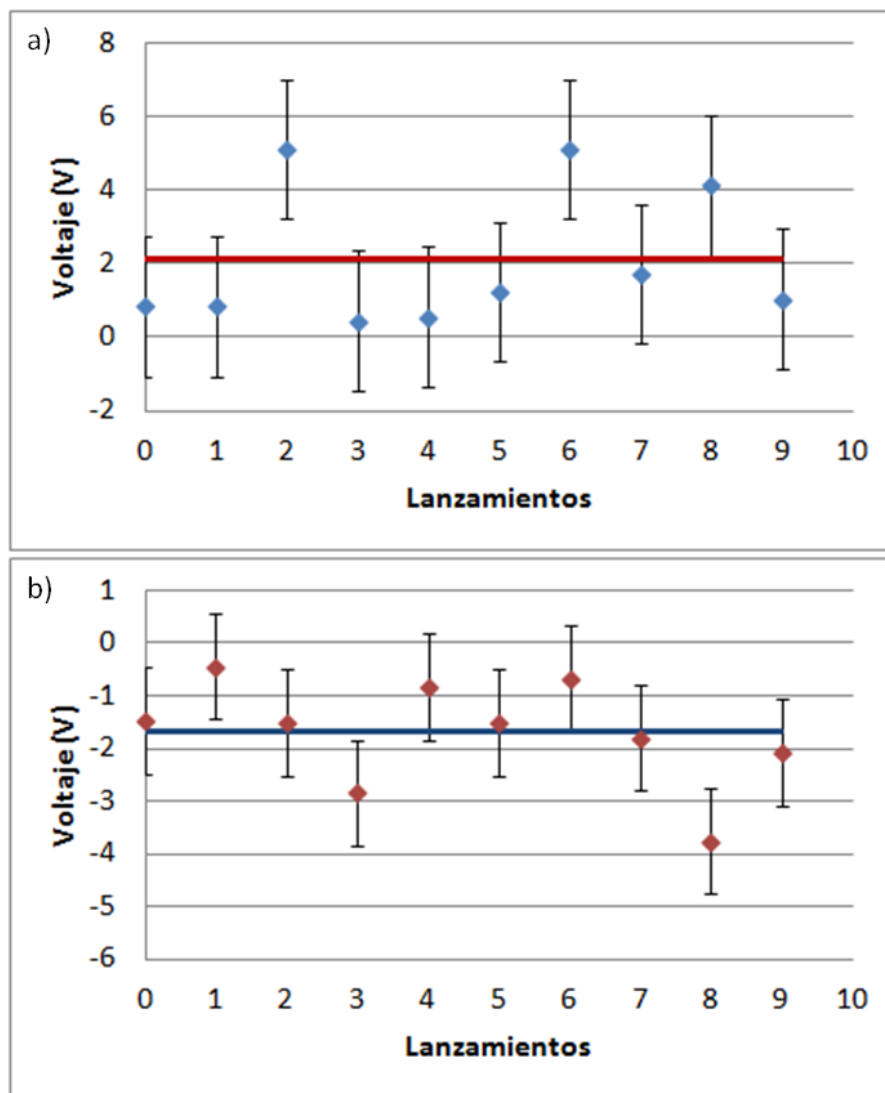


Figura 4.7: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

B	BOLA MEDIANA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,84	-1,48
	1	0,84	-0,44
	2	5,12	-1,52
	3	0,44	-2,84
	4	0,56	-0,84
	5	1,24	-1,52
	6	5,12	-0,68
	7	1,72	-1,8
	8	4,12	-3,76
	9	1,04	-2,08
	Media (V)	2,1	-1,7
	Desviación (V)	2	1

Tabla 4.10: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia.

Serie B. Bola mediana		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,9	0,4
Mínimo	-1,3	0,6

Tabla 4.11 Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de masa intermedia.

4.1.6 Bola grande. Serie B

En la figura 4.8 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola grande en la serie B. La línea sólida que se puede apreciar en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.12 se pueden ver los valores obtenidos sobre los que se aplica el tratamiento de datos descrito en el apartado 4.1.1 para obtener como resultado final los valores que se observan en la tabla 4.13.

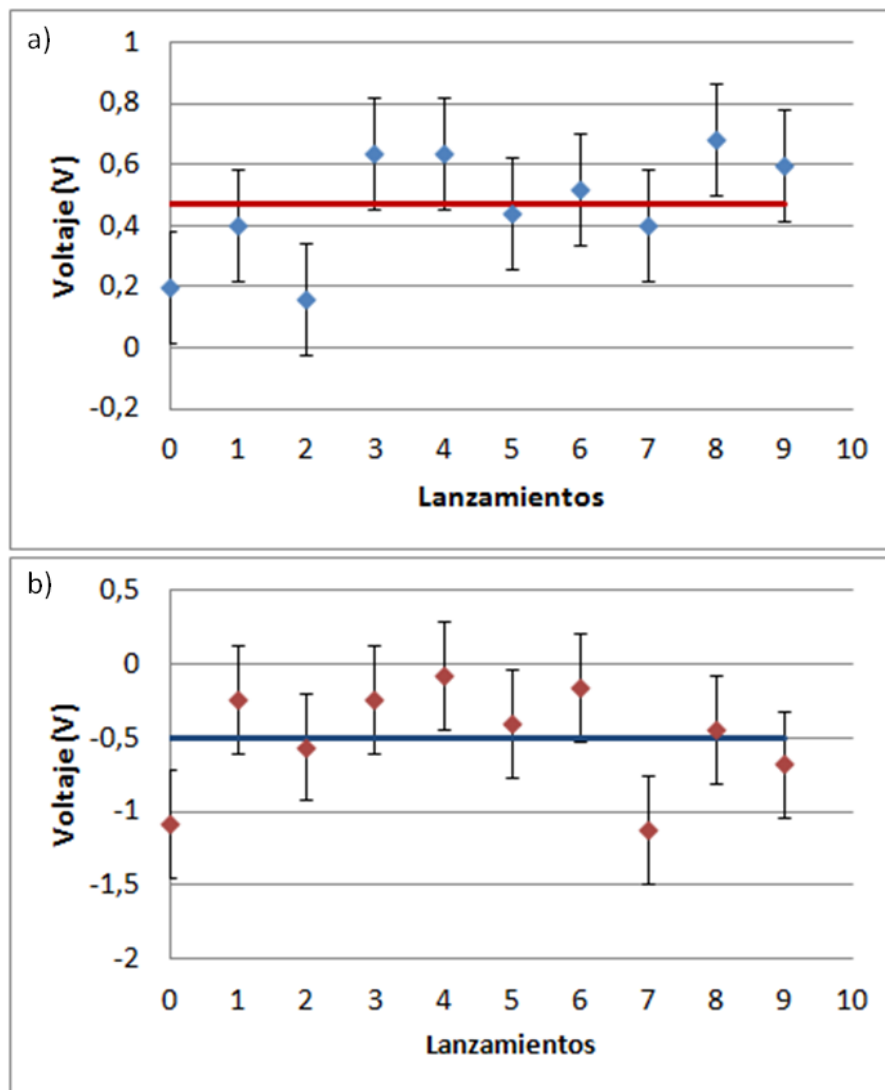


Figura 4.8: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de mayor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

B	BOLA GRANDE	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,2	-1,08
	1	0,4	-0,24
	2	0,16	-0,56
	3	0,64	-0,24
	4	0,64	-0,08
	5	0,44	-0,4
	6	0,52	-0,16
	7	0,4	-1,12
	8	0,68	-0,44
	9	0,6	-0,68
	Media (V)	0,5	-0,5
	Desviación (V)	0,2	0,4

Tabla 4.12: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de mayor masa.

Serie B. Bola grande		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,5	0,1
Mínimo	-0,4	0,2

Tabla 4.13: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de mayor masa.

4.1.7 Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento vertical.

En la tabla 4.14 se ve la media de la tensión y la desviación típica obtenidas para cada bola según la serie de la que se trate. En las siguientes figuras 4.9, 4.10, 4.11 y 4.12 se observarán distintas comparativas en función de la serie y el tamaño de la bola. En todas las gráficas se puede observar el valor del voltaje generado y la desviación típica representada mediante barras de error. El objetivo de estas comparativas es concluir si las medidas realizadas son reproducibles y si los valores de tensión que obtenemos en los ensayos son representativos.

		Máximo (V)	Desviación (V)	Mínimo (V)	Desviación (V)
A	Pequeña	1,1	0,5	-1,9	0,5
	Mediana	1,5	0,2	-1,5	0,6
	Grande	0,6	0,5	-0,4	0,2
B	Pequeña	1,0	0,4	-2,1	0,7
	Mediana	0,9	0,4	-1,3	0,6
	Grande	0,5	0,1	-0,4	0,2

Tabla 4.14: Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie y tamaño de la bola en el experimento vertical.

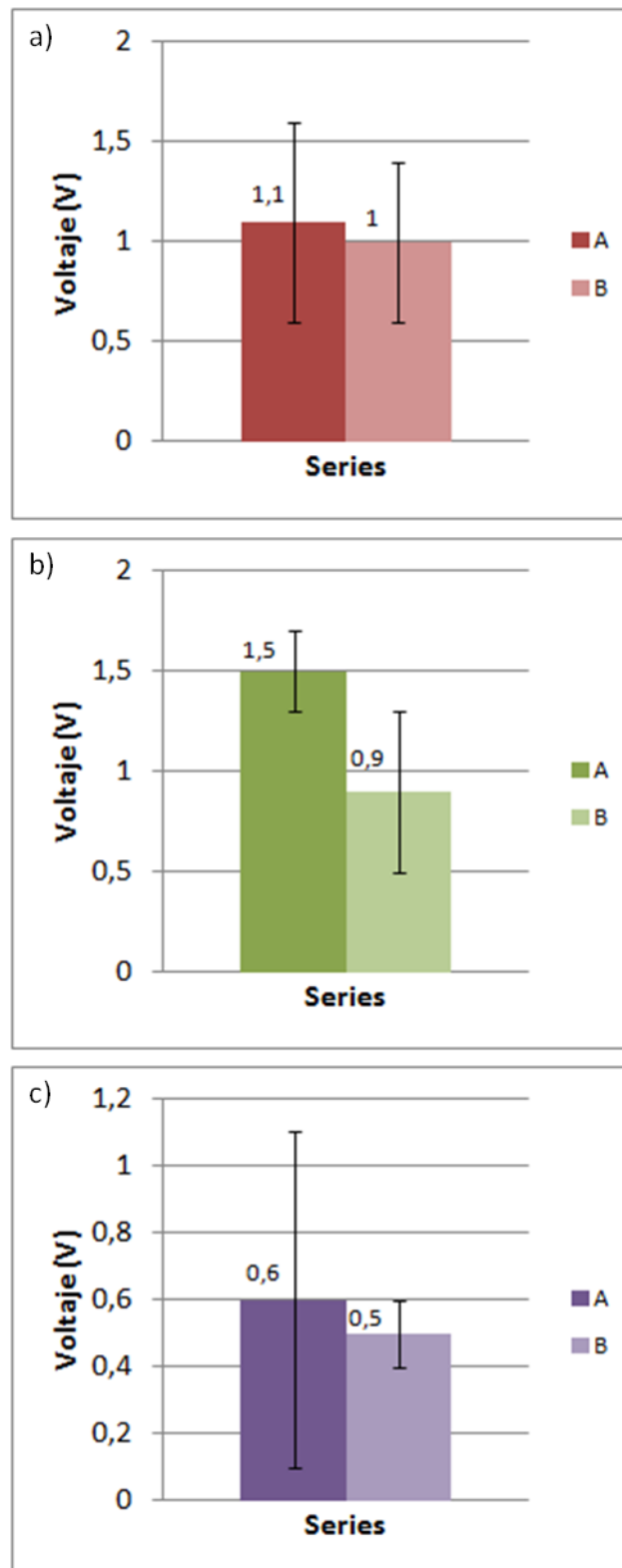


Figura 4.9: Comparativa entre los valores máximos de voltaje obtenidos para las series A y B en el experimento vertical. a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande.

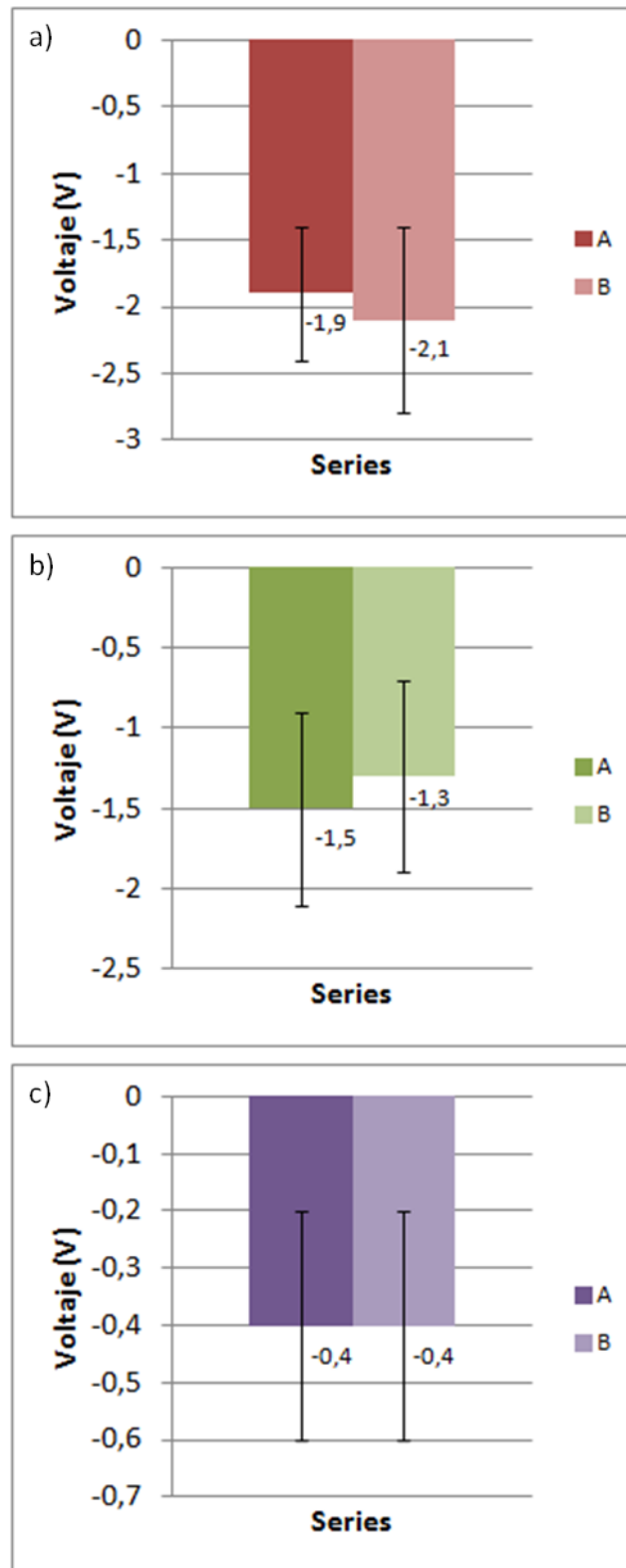


Figura 4.10: Comparativa entre los valores mínimos de voltaje obtenidos para las series A y B en el experimento vertical. a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

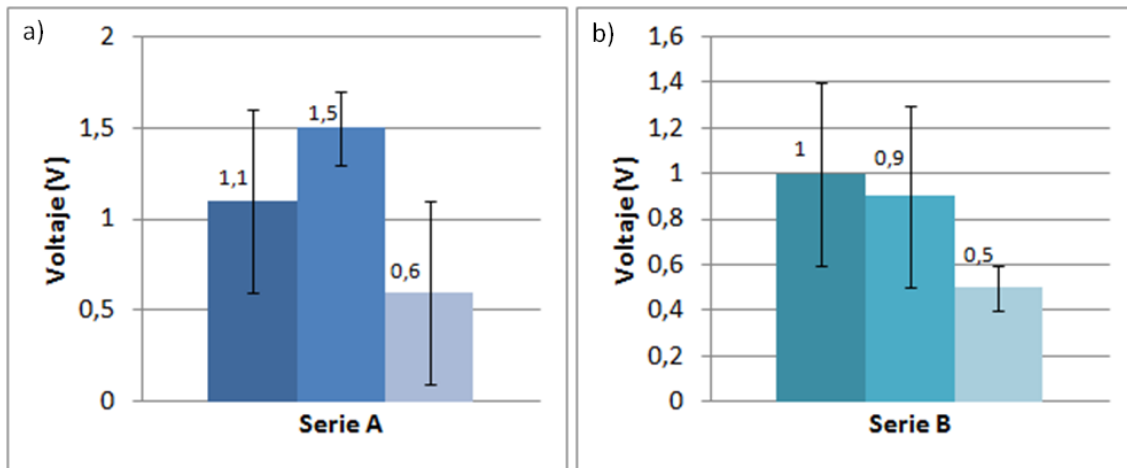


Figura 4.11: Comparativa entre los valores máximos obtenidos para cada serie según la masa de la bola, en el experimento vertical. De izquierda a derecha bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie A.
b) Serie B.

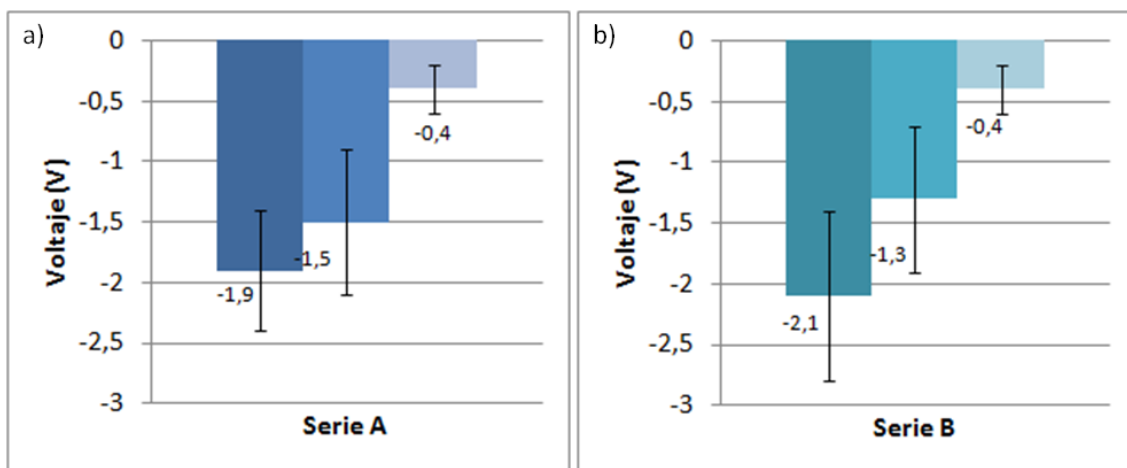


Figura 4.12: Comparativa entre los valores mínimos obtenidos para cada serie según la masa de la bola, en el experimento vertical. De izquierda a derecha bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie A.
b) Serie B.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

En las figuras 4.9, 4.10, 4.11 y 4.12 se pueden observar distintas tendencias:

- Los resultados obtenidos son bastante reproducibles, obtenemos unos valores similares tanto para la serie A como para la B con todas las masas ensayadas. Las medias están muy próximas entre sí y prácticamente en todos los casos entran dentro de la desviación típica.
- El comportamiento que se aprecia ante el lanzamiento de las bolas de distintas masas vemos que, en general, los valores de voltaje más elevados se obtienen ante el lanzamiento de la bola pequeña seguido por la bola de masa intermedia y por último la de mayor masa. Una posible explicación es que en las bolas de mayor masa al impactar sobre la muestra no la dejan ordenarse a los dominios correctamente y la respuesta que obtenemos es menor.
- Los valores de tensión más elevados, en valor absoluto, son los correspondientes a los picos negativos dados por la compresión de la muestra al golpear la bola, los máximos (picos positivos) son los correspondientes al flujo de corriente en la dirección contraria, es decir, se asociaría a la reordenación de los dominios en la expansión. Los picos más grandes son, en valor absoluto, los negativos ya que para pasar de la compresión a la expansión ocurre el fenómeno que se denomina fricción dipolar, es decir, al rozamiento producido por la reorientación de los dipolos cuando la muestra recupera la forma original (23) que hace que el valor de voltaje generado en los máximos sea menor.

4.2 Experimento Inclinado

En este apartado se mostraran los resultados obtenidos después de realiza el ensayo inclinado anteriormente propuestos sobre dos series de muestras B y E sin carga de titanato de bario).

A continuación en la figura 4.13 se puede ver los datos que se obtuvieron en el osciloscopio al realizar distintos lanzamientos con bolas de distintas masas.

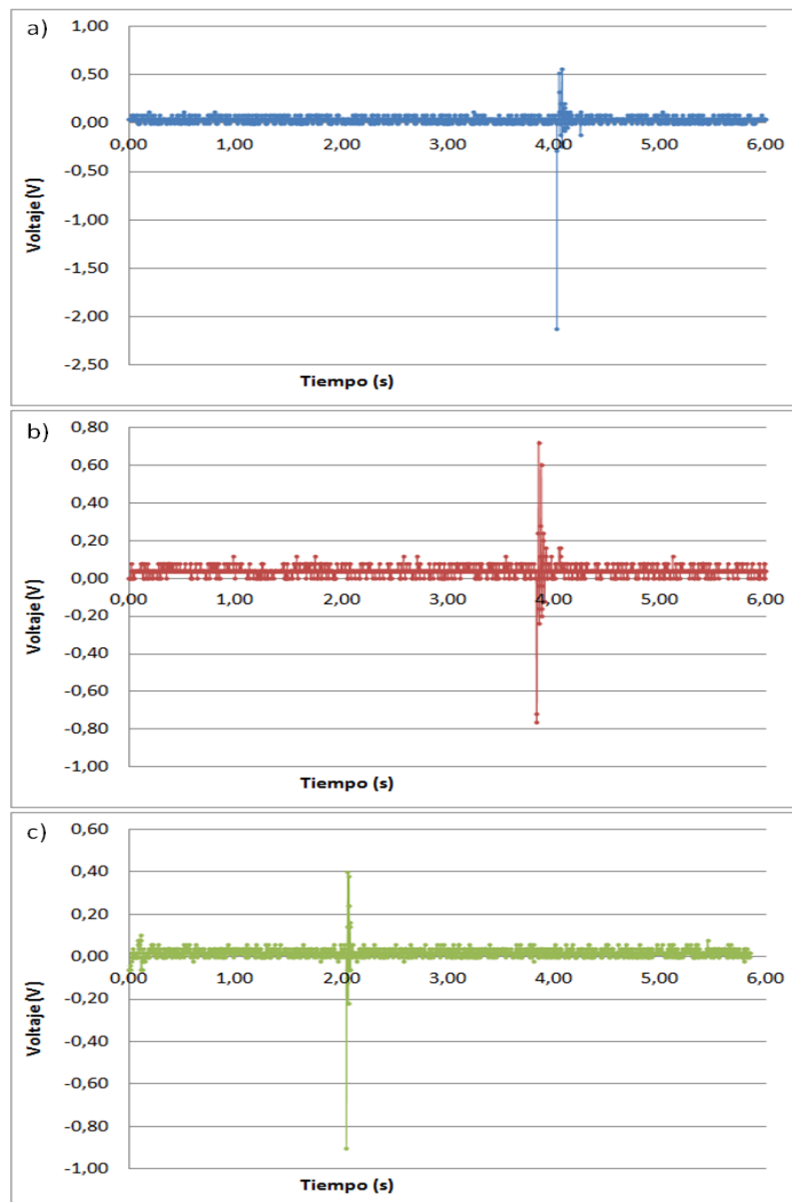


Figura 4.13: Valores de voltaje registrado en el osciloscopio para la muestra de la serie E en el experimento inclinado al lanzar: a) Bola grande (lanzamiento 3) b) Bola mediana (lanzamiento 8) c) Bola pequeña (lanzamiento 3).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

En estos ejemplos de lanzamientos se puede ver un valor mínimo, mayor en valor absoluto, y un máximo que aparece a continuación. La forma de estas gráficas es similar a las que se han obtenido al realizar el experimento vertical, figura 4.1. Y cómo este el comportamiento se asemeja al que presenta un material piezoeléctrico al ser sometido a esfuerzos puntuales, como el que se puede ver en la figura 2.11.

En los siguientes apartados se procederá a la representación de los datos obtenidos en el desarrollo del experimento inclinado donde se refleja la tensión obtenida en cada uno de los lanzamientos. Posteriormente a los datos obtenidos se aplica un tratamiento de datos (similar al descrito en el apartado 4.1.1) para conseguir un valor de tensión para cada energía (determinada por la masa de la bola) y serie, en el último punto de este apartado se procede a su comparación y análisis de los resultados.

En los diferentes ensayos realizados por el experimento inclinado las únicas muestras utilizadas son las correspondientes a PVDF puro, en los siguientes apartados se distinguirán los experimentos realizados según la serie en la que se obtuvo la muestra (serie B o serie E) y la masa de la bola que se utilizó para el experimento (bola pequeña, mediana o grande) la masa de cada una de estas bolas se puede ver en la tabla 3.2.

4.2.1 Bola pequeña. Serie B

En la figura 4.14 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola pequeña en la serie B. La línea sólida que se aprecia en las figuras corresponden a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.15 se pueden ver los valores obtenidos sobre los que se ha aplicado un tratamiento de datos similar al utilizado en el apartado 4.1.1 para obtener los valores de voltaje final representados en la tabla 4.16.

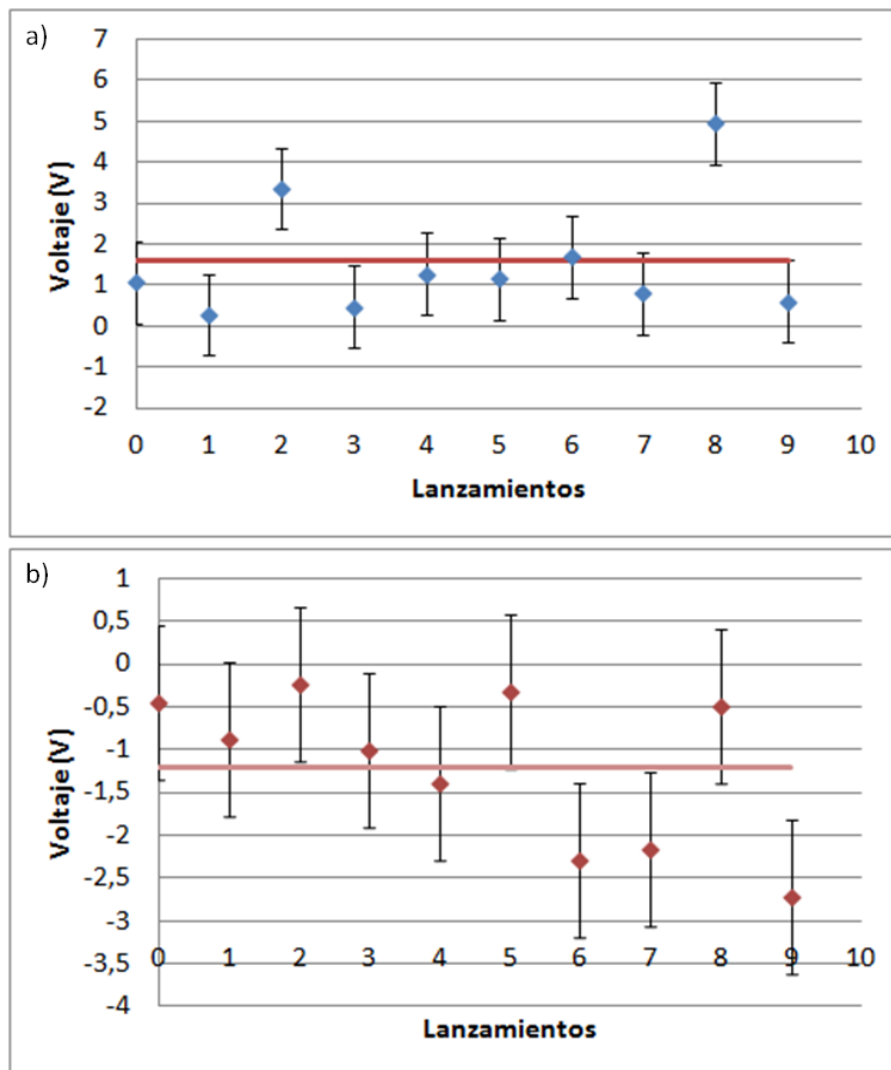


Figura 4.14: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

B	BOLA PEQUEÑA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	1,08	-0,44
	1	0,28	-0,88
	2	3,36	-0,24
	3	0,48	-1
	4	1,28	-1,4
	5	1,16	-0,32
	6	1,69	-2,28
	7	0,8	-2,16
	8	4,96	-0,48
	9	0,6	-2,72
	Media (V)	1,6	-1,2
	Desviación (V)	1	0,9

Tabla 4.15: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado.

Serie B. Bola pequeña		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,9	0,5
Mínimo	-0,9	0,6

Tabla 4.16: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear la bola de menor masa en el experimento inclinado.

4.2.2 Bola mediana. Serie B

En la figura 4.15 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola mediana en la serie B. La línea sólida que se aprecia en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.17 se pueden ver los valores obtenidos sobre los que se aplica un tratamiento de datos análogo al desarrollado para los valores de tensión en el apartado 4.1.1 para obtener el valor de tensión final mostrado en la tabla 4.18.

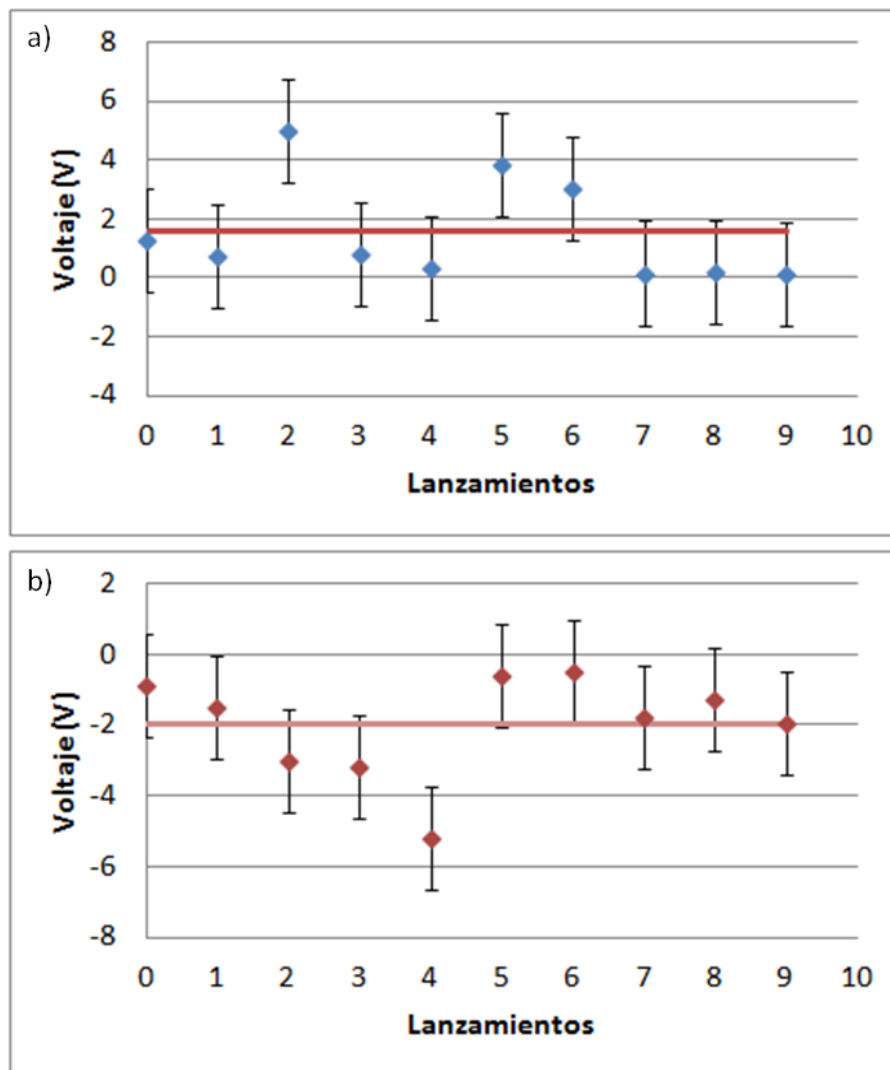


Figura 4.15: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

B	BOLA MEDIANA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	1,28	-0,88
	1	0,76	-1,52
	2	5	-3
	3	0,8	-3,16
	4	0,36	-5,2
	5	3,84	-0,6
	6	3,04	-0,48
	7	0,16	-1,76
	8	0,2	-1,28
	9	0,12	-1,96
	Media (V)	1,6	-2
	Desviación (V)	2	1

Tabla 4.17: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.

Serie B. Bola mediana		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	1,7	1
Mínimo	-1,6	1

Tabla 4.18: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.

4.2.3 Bola grande. Serie B

En la figura 4.16 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola grande en la serie B. La línea sólida que se aprecia en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.19 se pueden ver los valores de voltaje obtenidos sobre los que se aplica un tratamiento de datos análogo al desarrollado en el apartado 4.1.1 para obtener el valor final de voltaje que se muestra en la tabla 4.20.

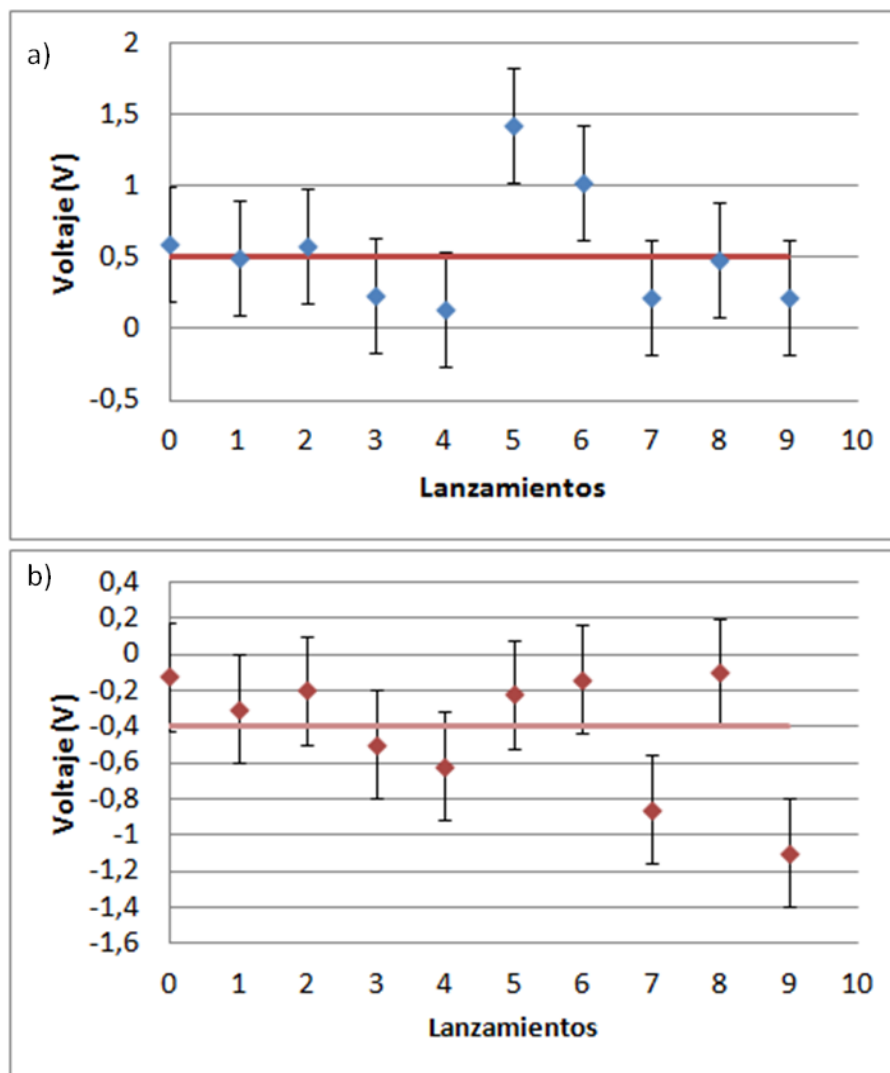


Figura 4.16: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

B	BOLA GRANDE	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,6	-0,12
	1	0,5	-0,3
	2	0,58	-0,2
	3	0,24	-0,5
	4	0,14	-0,62
	5	1,42	-0,22
	6	1,02	-0,14
	7	0,22	-0,86
	8	0,48	-0,1
	9	0,22	-1,1
	Media (V)	0,5	-0,4
	Desviación (V)	0,4	0,3

Tabla 4.19: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado.

Serie B. Bola grande		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,4	0,2
Mínimo	-0,3	0,2

Tabla 4.20: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear la bola de mayor masa en el experimento inclinado.

4.2.4 Bola pequeña. Serie E

En la figura 4.17 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola pequeña en la serie B. La línea sólida que se aprecia en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.21 se pueden ver los valores de voltaje obtenidos sobre los que se aplica un tratamiento de datos análogo al utilizado en el apartado 4.1.1 para obtener el valor de voltaje mostrado en la tabla 4.22.

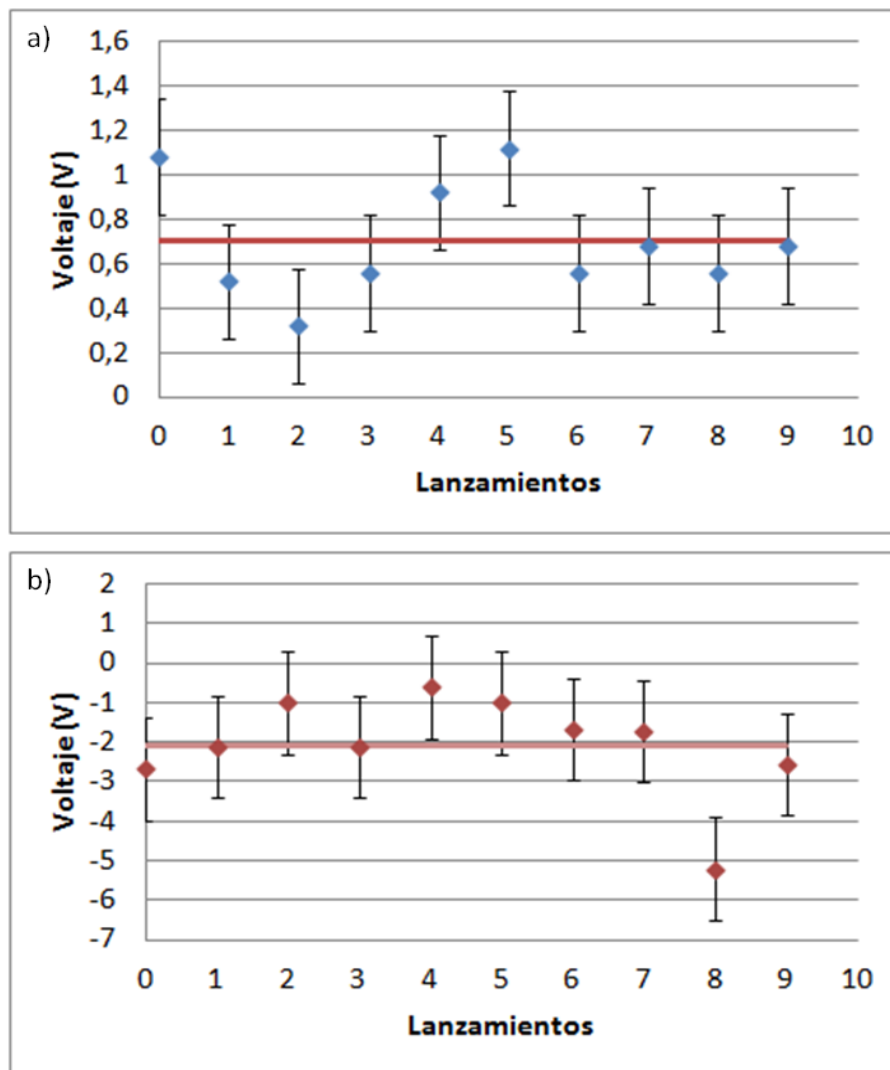


Figura 4.17: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

E	BOLA PEQUEÑA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,6	-0,12
	1	0,5	-0,3
	2	0,58	-0,2
	3	0,24	-0,5
	4	0,14	-0,62
	5	1,42	-0,22
	6	1,02	-0,14
	7	0,22	-0,86
	8	0,48	-0,1
	9	0,22	-1,1
	Media (V)	0,5	-0,4
	Desviación (V)	0,4	0,3

Tabla 4.21: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado.

Serie E. Bola pequeña		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,6	0,2
Mínimo	-1,9	0,6

Tabla 4.22: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de menor masa en el experimento inclinado.

4.2.5 Bola mediana. Serie E

En la figura 4.18 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola mediana en la serie B. La línea sólida que se aprecia en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.23 se pueden ver los valores de voltaje obtenidos sobre los que se aplica un tratamiento de datos similar al aplicado en el apartado 4.1.1 para obtener valor de voltaje final que se muestra en la tabla 4.24.

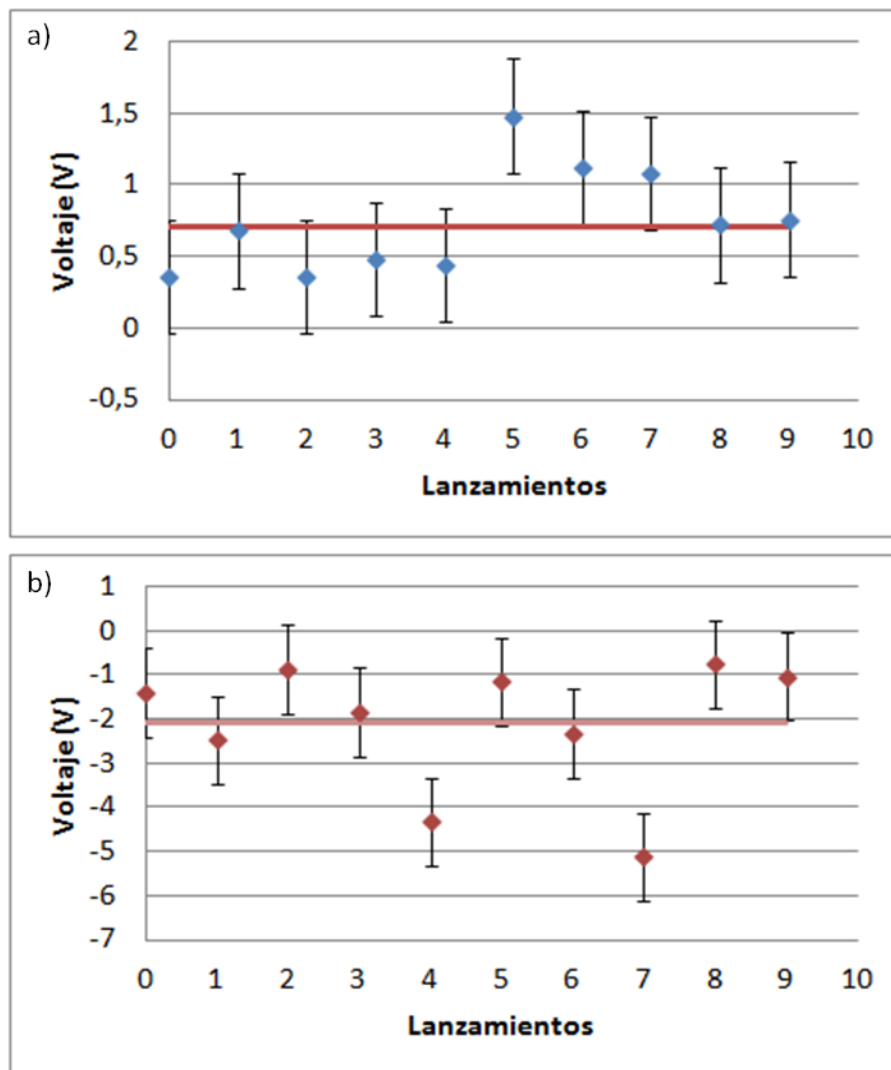


Figura 4.18: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

E	BOLA MEDIANA	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,36	-1,4
	1	0,68	-2,48
	2	0,36	-0,88
	3	0,48	-1,84
	4	0,44	-4,32
	5	1,48	-1,16
	6	1,12	-2,32
	7	1,08	-5,12
	8	0,72	-0,76
	9	0,76	-1,04
	Media (V)	0,7	-2,1
	Desviación (V)	0,4	1

Tabla 4.23: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.

Serie E. Bola mediana		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,7	0,3
Mínimo	-1,5	0,7

Tabla 4.24: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.

4.2.6 Bola grande. Serie E

En la figura 4.19 podemos ver los valores de voltaje de los picos obtenidos en los distintos lanzamientos para la bola grande en la serie B. La línea sólida que se aprecia en la figura corresponde a la media obtenida para los distintos lanzamientos, la desviación típica de los datos se representa mediante las barras de error que se sitúan sobre el valor de cada lanzamiento. En la tabla 4.25 se pueden ver los valores de voltaje obtenidos sobre los que se aplica el mismo tratamiento de datos que a los valores de voltaje del apartado 4.1.1 para obtener el valor de voltaje mostrado en la tabla 4.26.

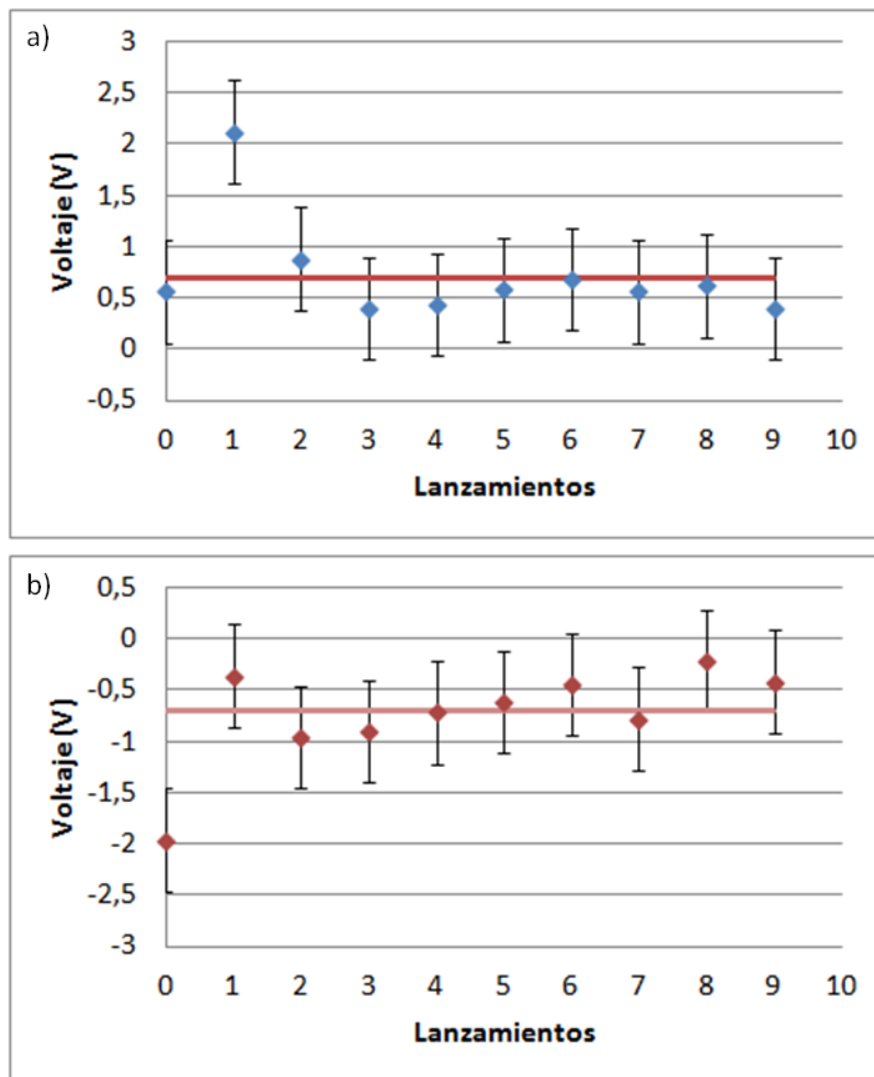


Figura 4.19: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

E	BOLA GRANDE	Voltaje Máximo (V)	Voltaje Mínimo (V)
	0	0,56	-1,96
	1	2,12	-0,36
	2	0,88	-0,96
	3	0,4	-0,9
	4	0,44	-0,72
	5	0,58	-0,62
	6	0,68	-0,44
	7	0,56	-0,78
	8	0,62	-0,22
	9	0,4	-0,42
	Media (V)	0,7	-0,7
	Desviación (V)	0,5	0,5

Tabla 4.25: Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado.

Serie E. Bola grande		
	Voltaje (V).	Desviación (V).
Máximo	0,6	0,1
Mínimo	-0,6	0,2

Tabla 4.26: Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de mayor masa en el experimento inclinado.

4.2.7 Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento inclinado.

En la tabla 4.27 se muestra la media de la tensión y la desviación típica obtenida para cada bola según la muestra. En las siguientes figuras 4.20, 4.21, 4.22 y 4.23 se muestran distintas comparativas en función de la serie y el tamaño de la bola. En todas las gráficas se puede observar el valor de la tensión generada y la desviación típica representada mediante barras de error. El objetivo de estas comparativas es concluir si las medidas realizadas son reproducibles y si los valores de tensión que obtenemos en los ensayos son representativos.

		Máximo (V)	Desviación (V)	Mínimo (V)	Desviación (V)
B	Pequeña	0,9	0,5	-0,9	0,6
	Mediana	1,7	1	-1,6	1
	Grande	0,4	0,2	-0,3	0,2
E	Pequeña	0,6	0,2	-1,9	0,6
	Mediana	0,7	0,3	-1,5	0,7
	Grande	0,6	0,1	-0,6	0,2

Tabla 4.27: Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie y tamaño de la bola en el experimento inclinado.

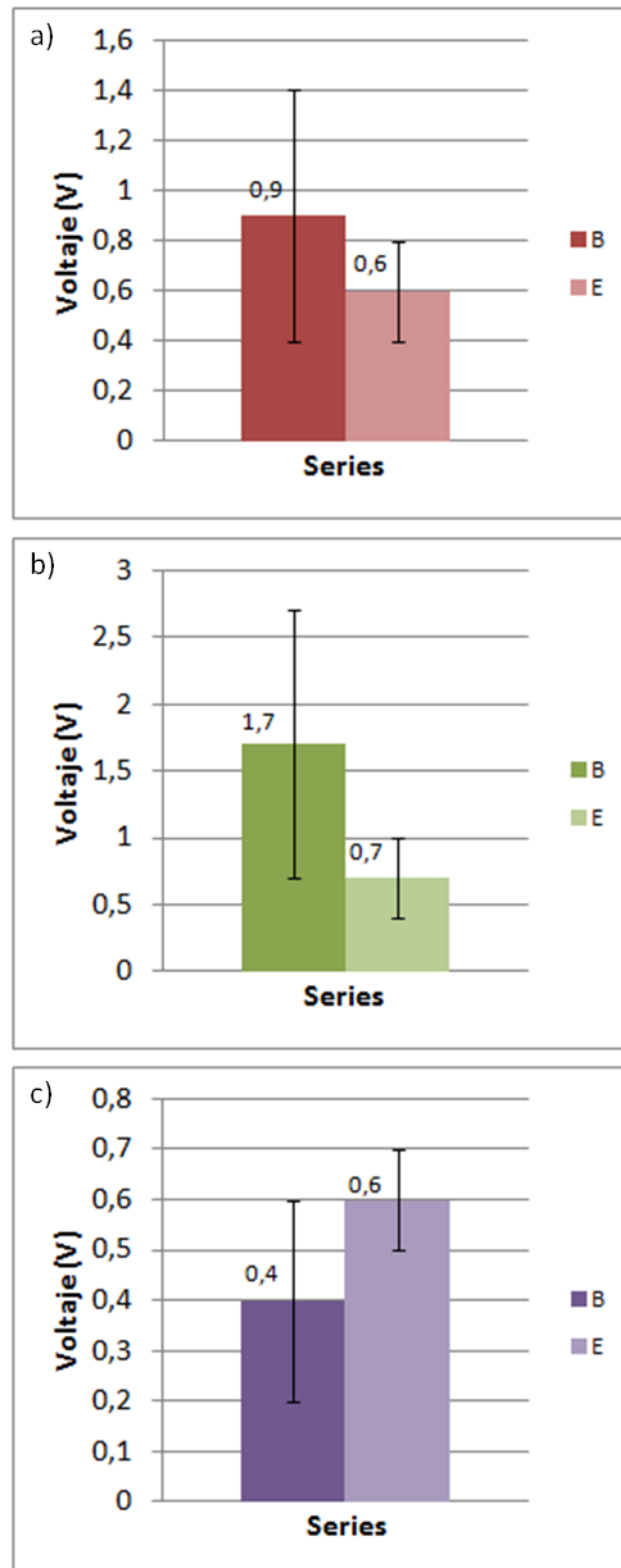


Figura 4.20: Comparativa entre los valores de voltaje máximos obtenidos al realizar el experimento inclinado para las muestras de las series B y E al lanzar: a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande

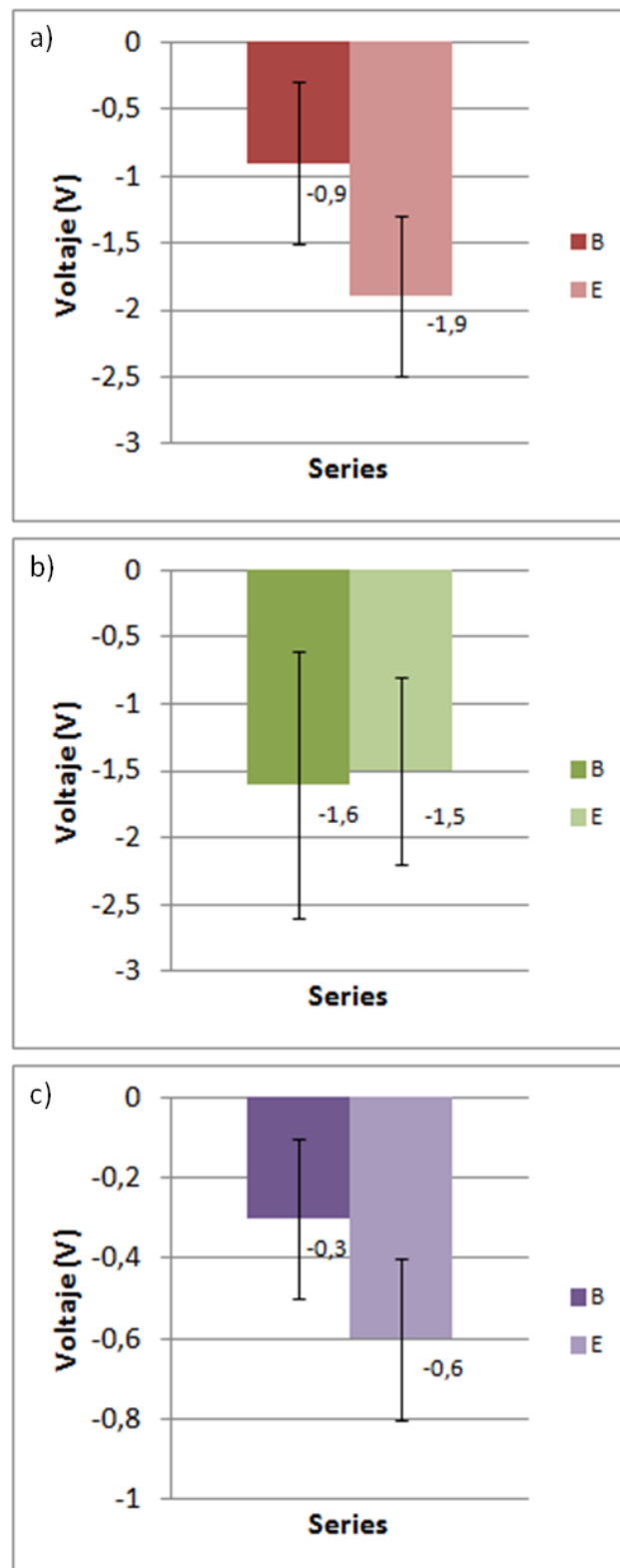


Figura 4.21: Comparativa entre los valores de voltaje mínimo obtenidos al realizar el experimento inclinado para las muestras de las series B y E al lanzar: a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande

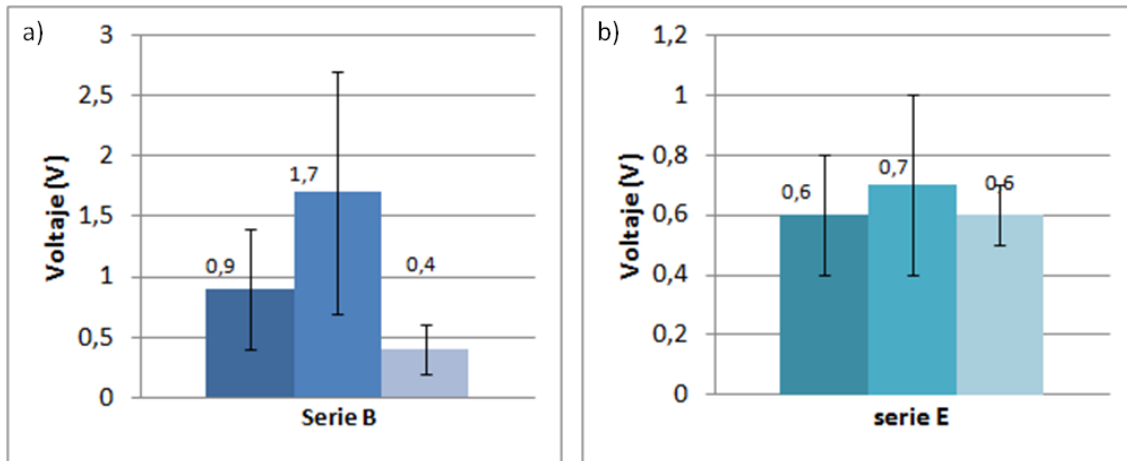


Figura 4.22: Comparativa entre valores de voltaje máximos para muestras de las series B y E sometidas al experimento inclinado al lanzarles, de izquierda a derecha, bola pequeña, bola mediana, bola grande.

a) Serie B. b) Serie E.

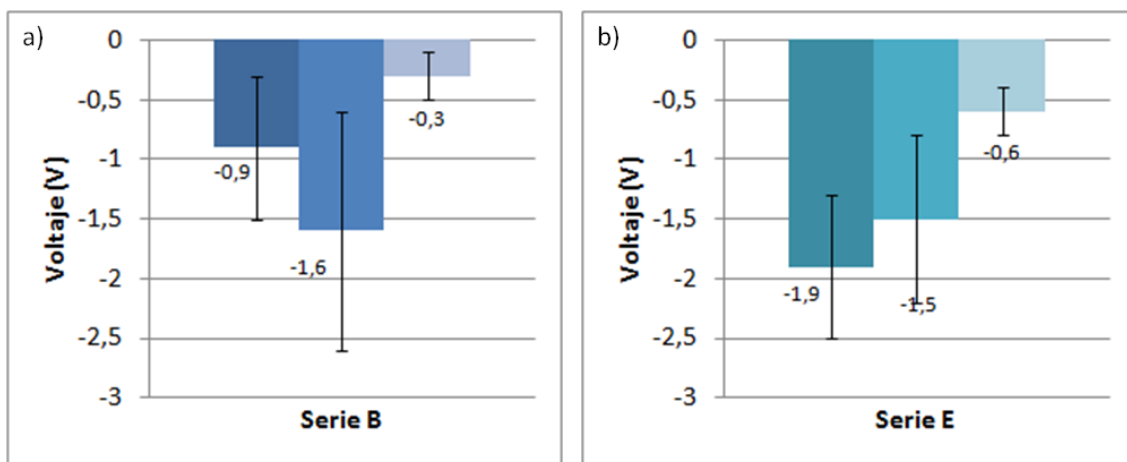


Figura 4.23: Comparativa entre valores de voltaje máximos para muestras de las series B y E sometidas al experimento inclinado al lanzarles, de izquierda a derecha, bola pequeña, bola mediana, bola grande.

a) Serie B. b) Serie E.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

Observando las figuras 4.20, 4.21, 4.22 y 4.23 podemos describir distintas tendencias:

- La desviación típica es mayor que para el experimento vertical en todos los resultados, por lo que se concluye que en este experimento hay una mayor dispersión de los resultados.
- En la serie B tanto en los valores de voltaje de la respuesta generada por la bola mediana es superior al de la bola pequeña, este comportamiento no se aprecia en el experimento vertical. El resultado es coherente ya que la bola mediana suministra mayor cantidad de energía que la bola pequeña. Una posible explicación a porque este mismo comportamiento no ocurre ni para el lanzamiento con la bola de mayor masa ni para los lanzamientos de la bola de masa intermedia y grande en el experimento vertical puede ser que el tamaño y la masa de la bola no deje orientarse a los dominios correctamente en la compresión (y posteriormente reorientarse en la expansión). Este comportamiento ocurre en menor medida en el experimento inclinado ya que el golpeo es más puntual que en el experimento vertical ya que la bola ejerce menor impedimento para la recuperación.
- Los valores obtenidos en la serie E son muy dispares a los obtenidos en la serie B una posible explicación puede ser que el método de unión usado para unir los cables de cobre sobre el sustrato de acero. En la serie E, para asegurar el buen contacto para esta serie se mantuvo presión sobre el pegamento mediante un clip toda la noche, este hecho pudo hacer que se modificaran las propiedades piezoeléctricas y por tanto que no pueda ser comparable con la serie B. Recuérdese que las series A y B eran completamente comparables como vimos en el experimento vertical.

4.3 Experimento del motor

Los resultados mostrados a continuación son los obtenidos al realizar el experimento del motor previamente descrito sobre muestras de PVDF puras, de las series A, B, E y F. Posteriormente compararemos los resultados, de este experimento cabe destacar que es dinámico con lo que obtendremos gran cantidad de información en un tiempo relativamente corto. En la figura 4.24 podemos ver la forma de onda que nos muestra el osciloscopio al realizar el experimento del motor.

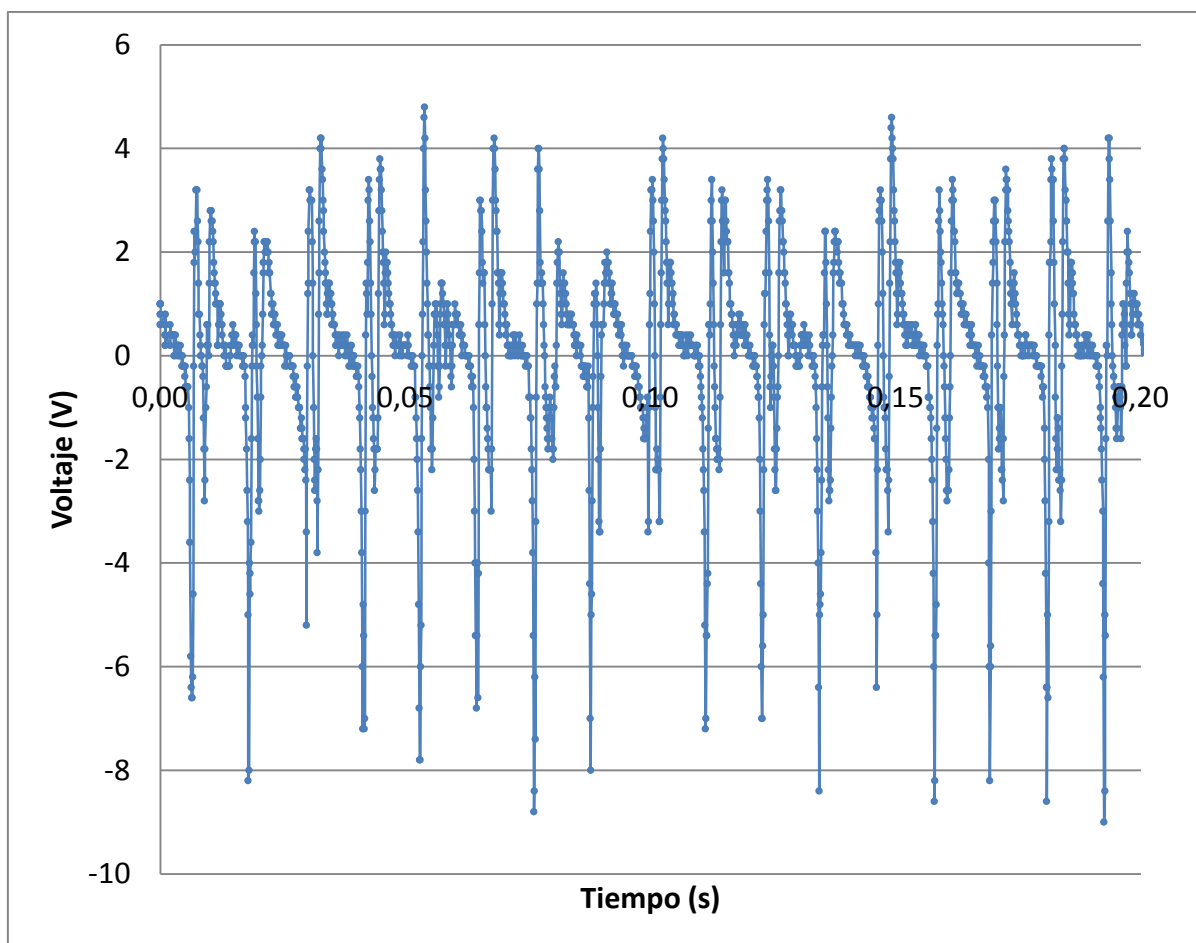


Figura 4.24: Medidas de los valores de los voltajes obtenidos al realizar el experimento del motor sobre la serie A.

De estas figuras se toman todos los voltajes máximos y los mínimos, estos datos obtenidos se tratan para obtener un valor de tensión máxima y un valor de tensión mínima para cada serie. Como podemos observar en este experimento los picos obtenidos por los golpes de la punta sobre la muestra son muy reproducibles y todos presentan la misma forma.

4.3.1 Serie A

En la tabla 4.28 se puede ver los valores máximos y los mínimos correspondientes a los picos que se obtienen al realizar el experimento del motor sobre la serie A, así como a los tiempos que se consiguen. En la figura 4.25 se representan los valores de la tabla junto con la línea correspondiente a la media y el valor de la desviación típica, mediante barras de error sobre los puntos.

Máximos		Mínimos	
Tiempo (s)	Voltaje (V)	Tiempo (s)	Voltaje (V)
0 *	3,2	0 *	-6,6
0,0253	4,2	0,0114	-8,2
0,0464	4,8	0,0233	-5,2
0,0606	4,2	0,0351	-7,2
0,0697	4	0,0465	-7,8
0,0836	2	0,058	-6,8
0,095	4,2	0,0697	-8,8
0,105	3,4	0,0813	-8
0,1164	3,4	0,093	-3,4
0,1301	2,4	0,1047	-7,2
0,1417	4,6	0,1163	-7
0,1541	3,4	0,1279	-8,4
0,165	3,6	0,1396	-6,4
0,1769	4	0,1514	-8,6
0,1861	4,2	0,1627	-8,2
		0,1743	-8,6
		0,186	-9
MEDIA (V)	3,7	MEDIA (V)	-7,4
DESVIACIÓN (V)	0,8	DESVIACIÓN (V)	1

Tabla 4.28: Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie A

* En las tablas 4.28, 4.29, 4.30 y 4.31 aparece como primer valor de tiempo 0 segundos, tanto para los valores positivos como negativos, esto ocurre porque los datos suministrados por el osciloscopio se ofrecen como un punto central para el que asigna valor de tiempo 0 y a izquierda valores de tiempo negativos y a la derecha positivos. Como los valores de tiempo negativo no sentido físico al tomar el primer valor de voltaje para los máximos y para los mínimos se le asigna el tiempo 0. Por tanto, el tiempo nos indica para cada caso la separación entre los picos máximos o mínimos.

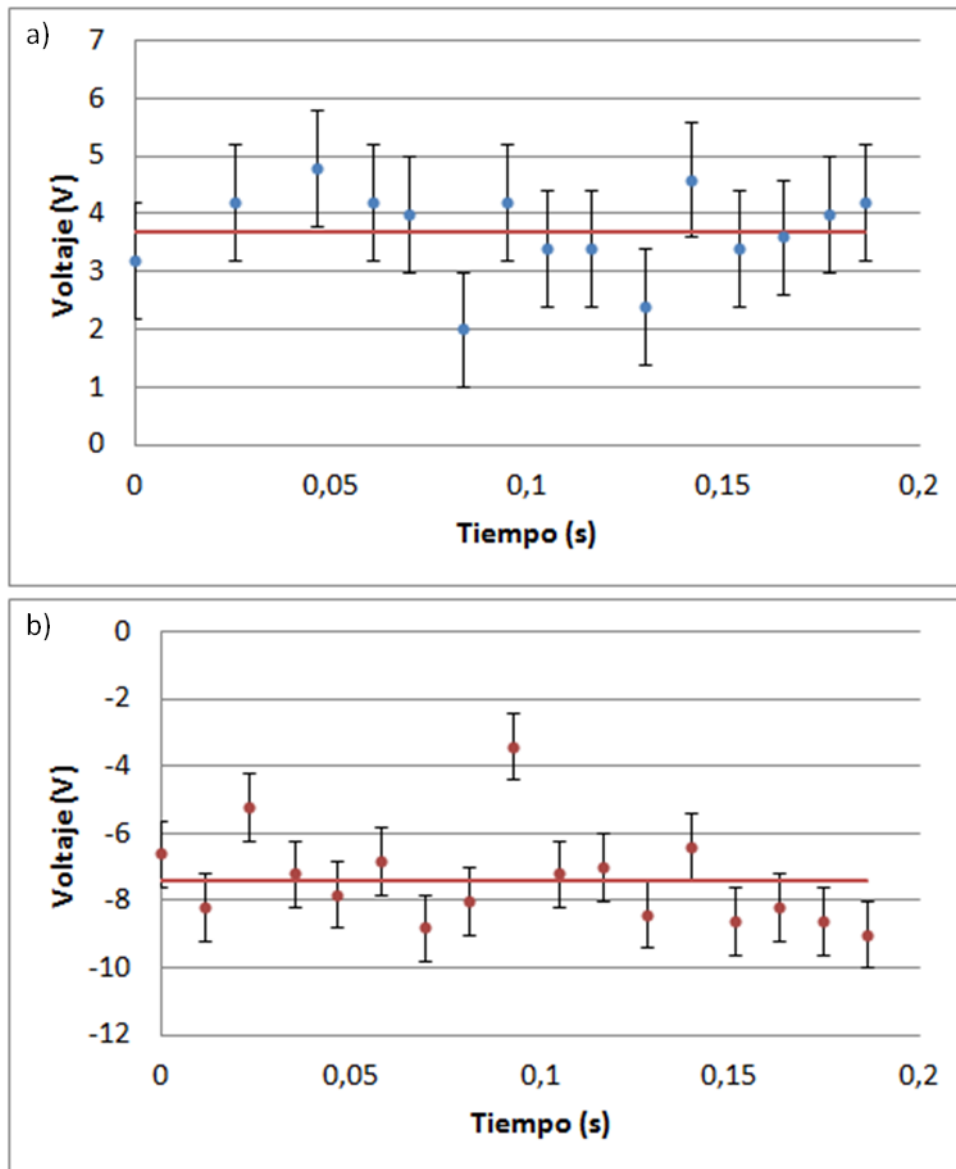


Figura 4.25: Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie A al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.

4.3.2 Serie B

En la tabla 4.29 se puede ver los valores de voltaje máximos y los mínimos correspondientes a los picos que se obtienen al realizar el experimento del motor sobre la serie B, así como a los tiempos que se consiguen. En la figura 4.26 se representan los valores de la tabla junto con la línea correspondiente a la media y el valor de la desviación típica, mediante barras de error sobre los puntos.

Máximos		Mínimos	
Tiempo (s)	Voltaje (V)	Tiempo (s)	Voltaje (V)
0*	3,6	0*	-10
0,0111	4	0,0406	-7
0,025	3,4	0,0523	-4,4
0,0338	5	0,0639	-7,2
0,0458	6,4	0,076	-8,8
0,0574	5,4	0,088	-8,8
0,0715	3,8	0,0995	-8,8
0,0807	5	0	-13,8
0,09266	6,6	0,1176	-12
0,106	3	0,1339	-10,2
0,1158	5,8	0,146	-11,4
0,1269	4,2	0,157	-13,8
0,1421	5	0,1694	-10,4
0,1442	3,4	0,1805	-11,4
0,1627	4,4	0,1926	-9,8
0,1736	4,2	0,2037	-12,6
0,1859	3,6	0,2157	-10,4
MEDIA (V)	4,5	MEDIA (V)	-10
DESVIACIÓN (V)	1	DESVIACIÓN (V)	2

Tabla 4.29 Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie B

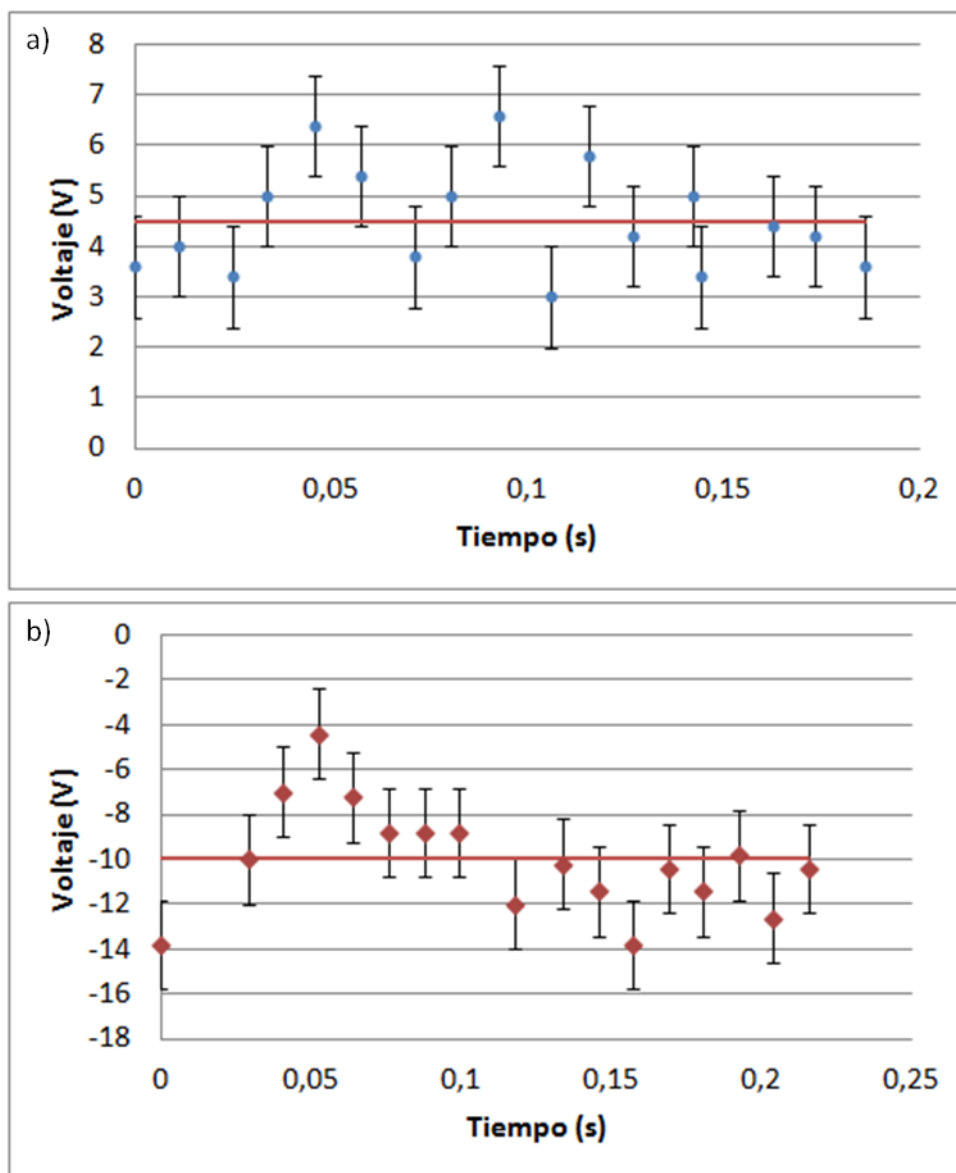


Figura 4.26: Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie B al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.

4.3.3 Serie E

En la tabla 4.30 se puede ver los valores de voltaje máximos y los mínimos correspondientes a los picos que se obtienen al realizar el experimento del motor sobre la serie E, así como a los tiempos que se consiguen. En la figura 4.27 se representan los valores de la tabla junto con la línea correspondiente a la media y el valor de la desviación típica, mediante barras de error sobre los puntos.

Máximos		Mínimos	
Tiempo (s)	Voltaje (V)	Tiempo (s)	Voltaje (V)
0 *	1,28	0 *	-5,36
0,0112	1,2	0,0115	-5,2
0,024	1,28	0,0231	-7,44
0,0342	1,28	0,0346	-7,44
0,0456	1,36	0,0462	-6,24
0,0573	1,28	0,0577	-7,2
0,069	1,28	0,0693	-7,12
0,0805	1,28	0,0809	-5,6
0,0915	1,36	0,0925	-6,16
0,1035	1,44	0,1041	-6
0,1151	1,28	0,1156	-7,36
0,1263	1,36	0,1272	-7,44
0,1381	1,28	0,1388	-7,6
0,1496	1,36	0,1504	-7,44
0,161	1,36	0,1619	-7,44
0,1727	1,44	0,1735	-6,24
0,1862	1,28	0,1851	-6,8
MEDIA (V)	1,32	MEDIA (V)	-6,7
DESVIACIÓN (V)	0,06	DESVIACIÓN (V)	0,8

Tabla 4.30: Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie E

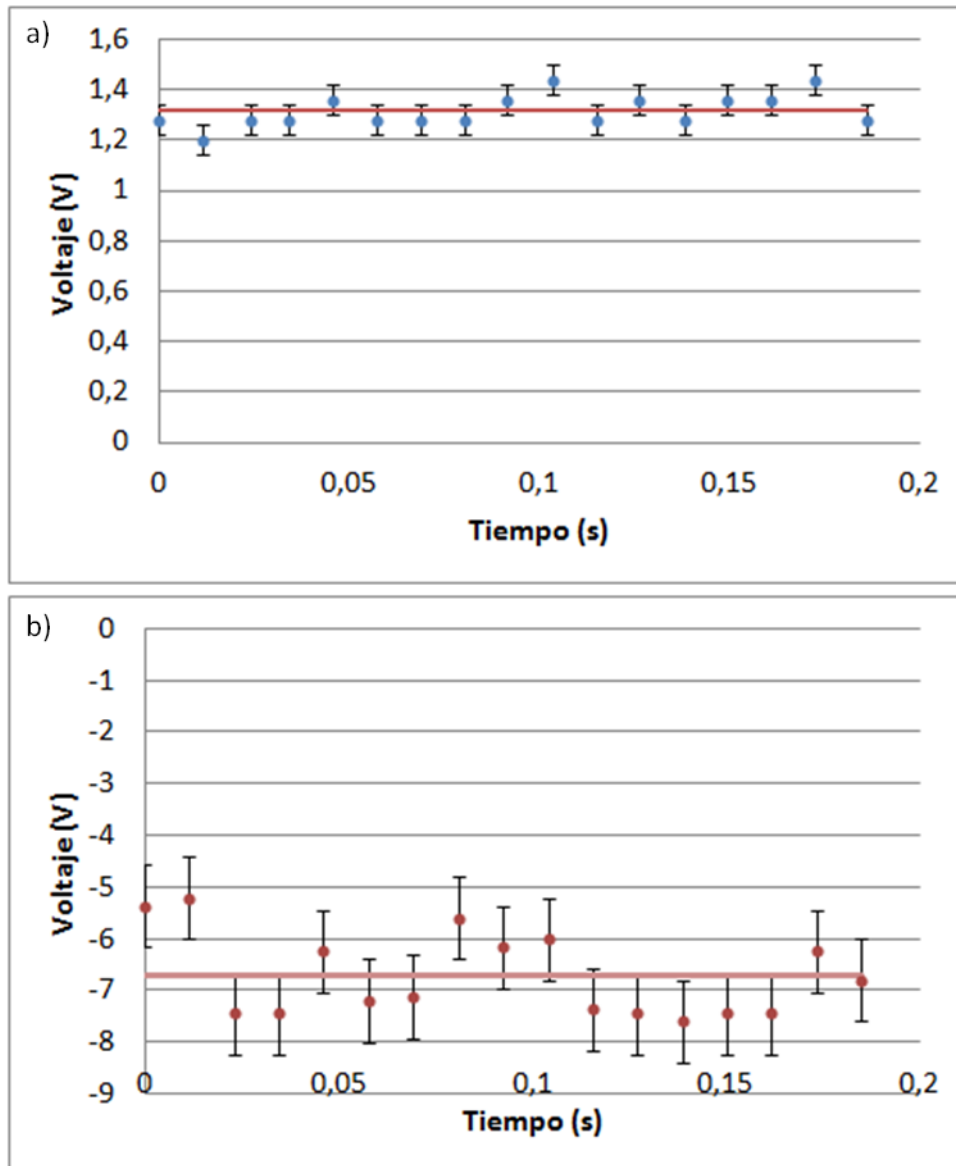


Figura 4.27: Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie E al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.

4.3.4 Serie F

En la tabla 4.31 se puede ver los valores de voltaje máximos y los mínimos correspondientes a los picos que se obtienen al realizar el experimento del motor sobre la serie F, así como a los tiempos que se consiguen. En la figura 4.28 se representan los valores de la tabla junto con la línea correspondiente a la media y el valor de la desviación típica, mediante barras de error sobre los puntos.

Máximos		Mínimos	
Tiempo (s)	Voltaje (V)	Tiempo (s)	Voltaje (V)
0 *	0,8	0 *	-1,76
0,0088	1,04	0,0112	-2,16
0,0099	0,88	0,0231	-2,96
0,0224	0,56	0,0343	-1,68
0,0319	3,52	0,0463	-2,24
0,0438	1,44	0,0575	-3,04
0,057	0,56	0,0693	-1,68
0,0668	3,04	0,0808	-3,44
0,0783	1,28	0,03	-1,52
0,0894	0,88	0,10039	-1,84
0,1019	0,72	0,1154	-2,56
0,1132	1,52	0,1273	-2,8
0,1238	0,56	0,1394	-3,52
0,1287	0,48	0,1503	-1,84
0,137	0,64	0,1618	-1,62
0,1507	0,72	0,1704	-2,96
0,1621	0,8	0,1847	-2
MEDIA	0,9	MEDIA	-2,3
DESVIACIÓN (V)	0,8	DESVIACIÓN (V)	0,7

Tabla 4.31: Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie F

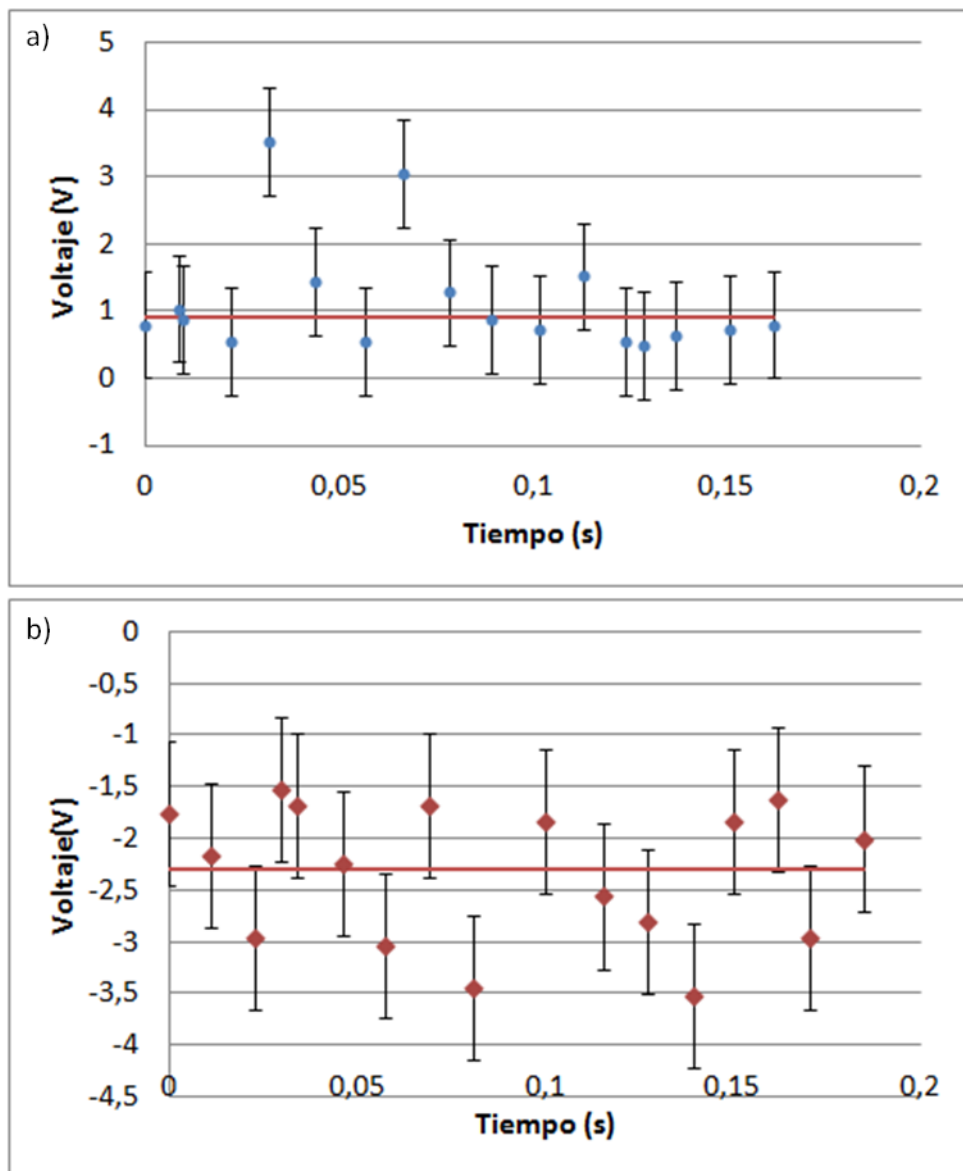


Figura 4.28: Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie E al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.

4.3.5 Comparativa y discusión de resultados obtenidos en el experimento del motor.

En este apartado se presentan los valores de tensión, una vez realizado el tratamiento de datos que se muestra en el apartado 4.1.1, para poder compararlos en la tabla 4.32 y la representación gráfica figura 4.29.

	Máximo (V)	Desviación (V)	Mínimo (V)	Desviación (V)
A	3,8	0,4	-7,8	0,8
B	4,3	0,7	-10	2
E	1,32	0,05	-7,0	0,6
F	0,8	0,3	-2,1	0,5

Tabla 4.32: Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie del experimento del motor una vez realizado el tratamiento de datos.

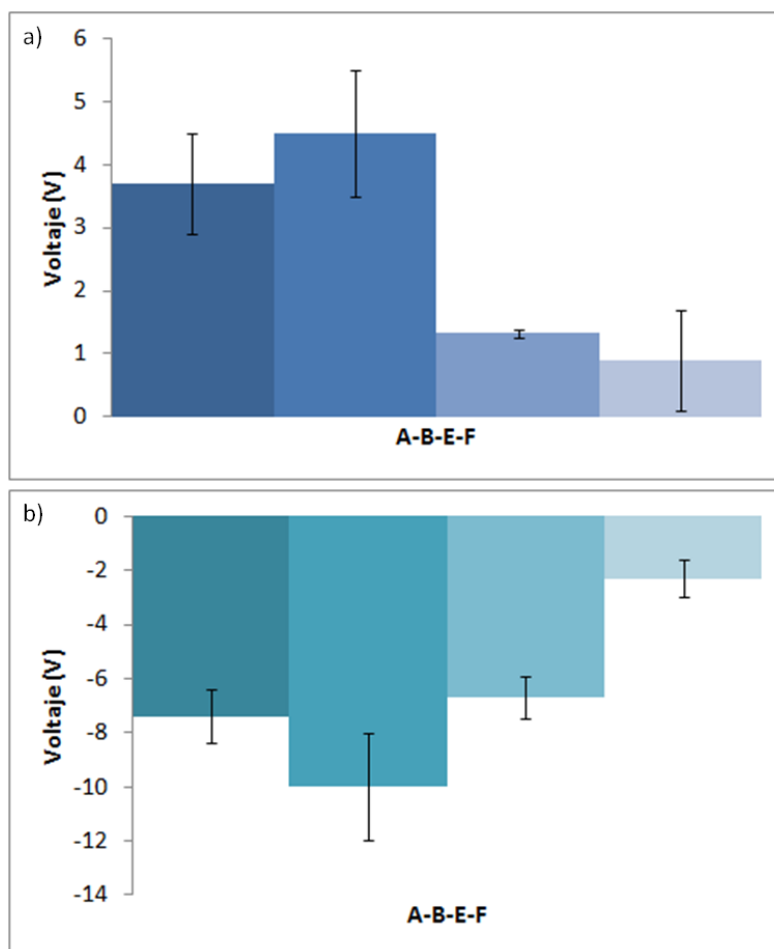


Figura 4.29: Comparativa entre valores de tensión máximos y mínimos. Para las muestras de las series A, B, E y F al ser sometidas al experimento del motor. a) Máximos b) Mínimos

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

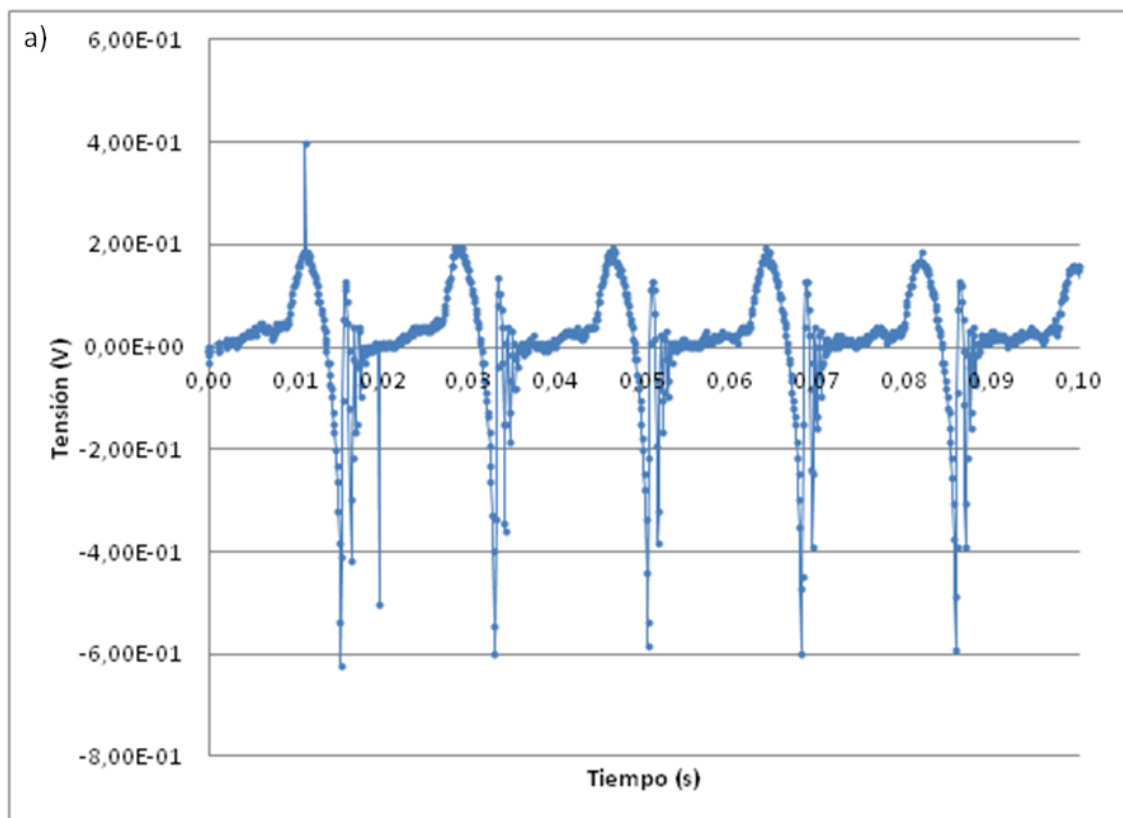
De la tabla 4.32 y la figura 4.29 podemos extraer algunas conclusiones:

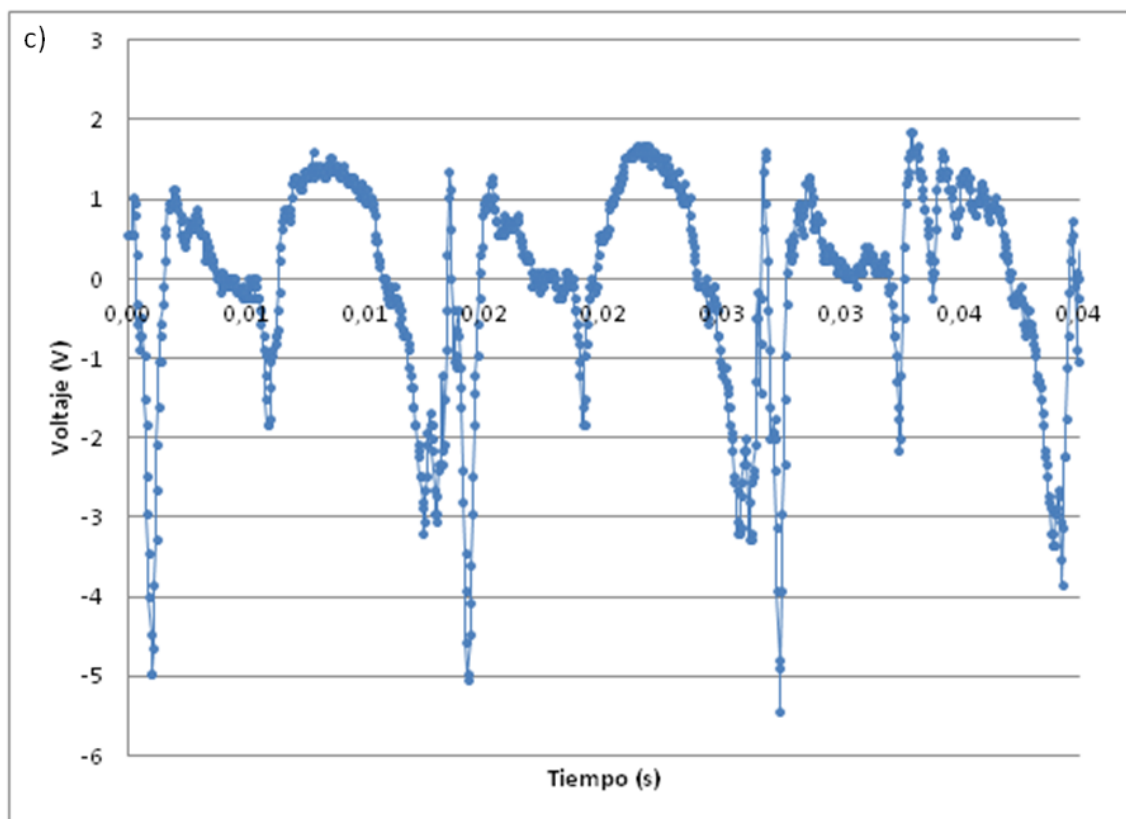
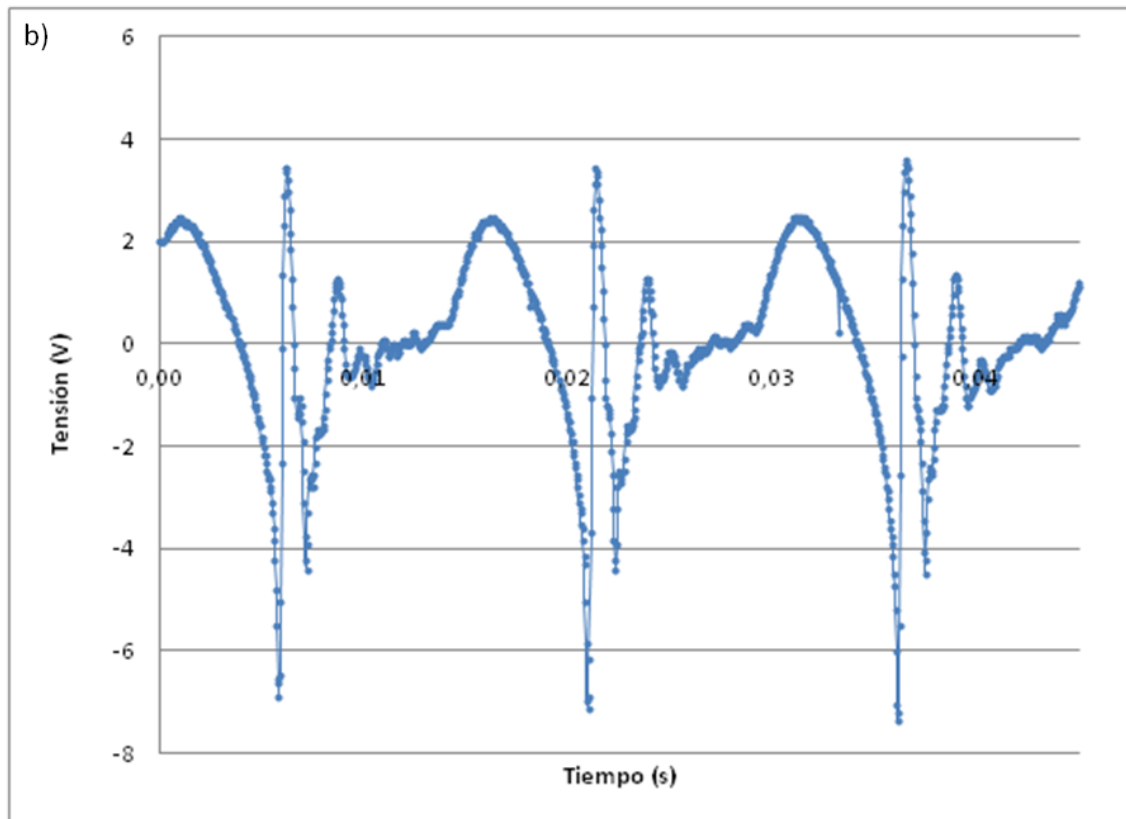
- Se puede observar como las muestras de las series A y B presentan un comportamiento similar, los valores de voltaje máximo y mínimo son próximos y entran en el rango de la desviación típica. En cambio, para las series E y F se aprecia diferente comportamiento, esto puede ser debido a que durante la preparación de las muestras al unir el cable de cobre a los portamuestras de acero mediante el pegamento conductor, se sometió la muestra a presión lo que ha podido modificar ligeramente su estructura.
- Además se puede ver como la desviación típica en este experimento es menor que en otros métodos como el inclinado o el vertical.
- Por último, en estos datos también se puede ver que los valores mínimos siempre son superiores en valor absoluto que los máximos esto es porque los voltajes mínimos corresponden a la compresión ejercida por el golpeo de la punta sobre la muestra, mientras que los máximos son producidos por la recuperación en la expansión antes de ser golpeadas de nuevo, este comportamiento puede ser producido por el fenómeno, explicado en apartados anteriores, denominado fricción dipolar (23).

Los resultados obtenidos, en cuanto a valores de voltaje del PVDF, están de acuerdo con otros resultados publicados en la bibliografía (33), en este artículo se muestra como ejercen presión sobre una lámina de PVDF situada en el interior de un horno, donde se ha realizado vacío, consiguiendo registrar valores de voltaje comparables con los obtenidos en nuestros experimentos. Este experimento lo realizan a distintas temperaturas y con distintas disposiciones de las láminas de PVDF.

4.3.6 Estudio de condiciones óptimas

Encontrar la tensión adecuada para el motor desequilibrado es fundamental para la realización del experimento del motor dado que esta tensión, al mantener constante la intensidad de la fuente, la tensión que proporciona la fuente determina la potencia que se cede al motor y por tanto la fuerza con la que la bola situada en el cantiléver golpea la parte superior de la muestra. Para evaluar cuál es el voltaje adecuado se hará un barrido en potencias de 1,5V a 2,3V y se representarán en la figura 4.30 los datos que muestra el osciloscopio. Una vez representadas se compararán entre sí para elegir cuál es la que se usará para el resto de ensayos, basándonos en los máximos, ó mínimos, obtenidos y la forma de onda que habitualmente se obtiene como respuesta de los materiales piezoeléctricos figura 2.12 (11). Todas los ensayos se han realizado sobre la probeta de 10% BaTiO₃ de la serie B y la fuente muestra una intensidad de 1A.





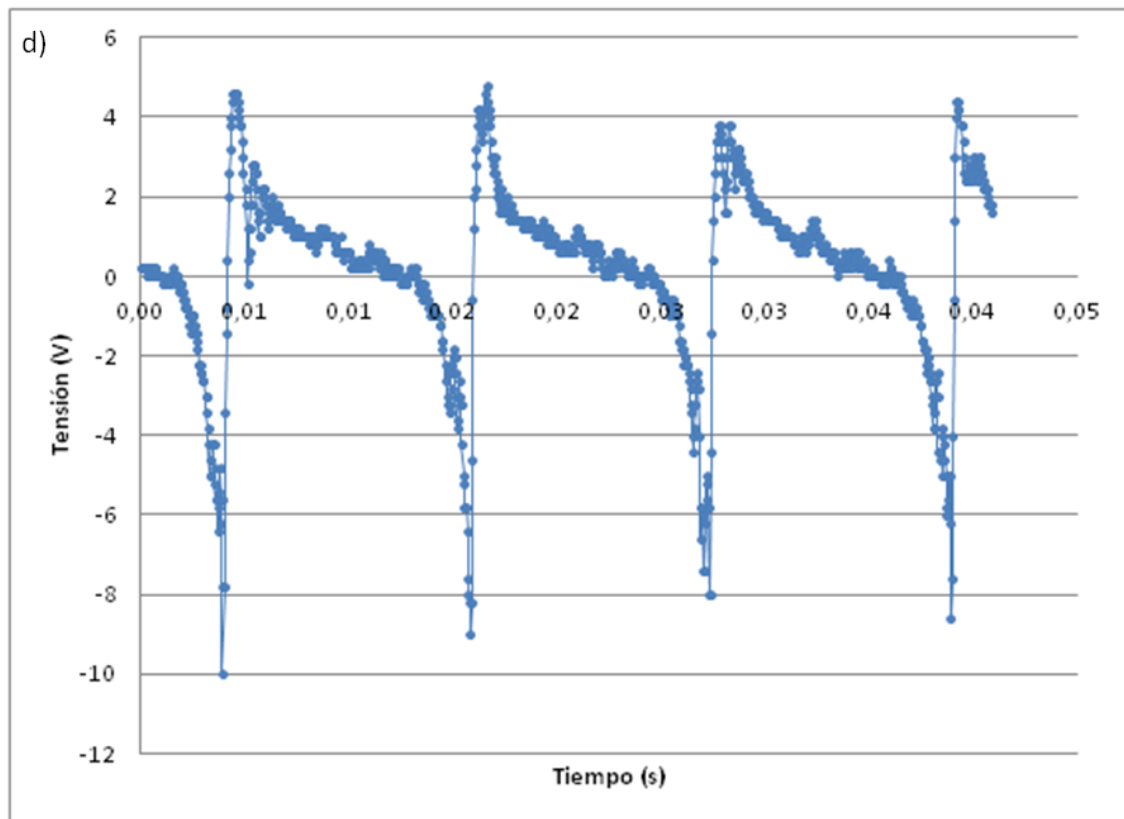


Figura 4.30: Evolución de la forma de onda con la variación de la tensión aplicada al motor. a) Voltaje de la fuente 1,5V. b) Voltaje de la fuente 1,75V. c) Voltaje de la fuente 2V. d) Voltaje de la fuente 2,3V.

Se puede ver que la tensión de la fuente que muestra mejores respuestas, tanto en intensidad de la respuesta que obtenemos en el osciloscopio como en la forma obtenida y en la ausencia de ruido es la correspondiente al voltaje del motor de 2,3 V. Y por eso esta es la tensión utilizada para todas las medidas realizadas mediante el experimento del motor.

5. Conclusiones

En este trabajo se ha abordado el estudio y el desarrollo de sistemas para evaluar la respuesta piezoeléctrica de materiales poliméricos, centrándonos en el comportamiento del PVDF.

En base a los resultados obtenidos se puede concluir que:

- Tras preparar varios sistemas de probetas se ha conseguido optimizar la conformación más adecuada para caracterizar la respuesta piezoeléctrica, esta correspondiente a la conformación film + sustrato desarrollada. Es crítico la correcta colocación del adhesivo y el seguimiento del protocolo de preparación de las probeta ya que una pequeña variación puede hacer que el comportamiento obtenido sea muy diferente.
- Los métodos propuestos para la caracterización de la respuesta piezoeléctrica han sido:
 - El experimento vertical, en el que dejamos caer verticalmente distintas bolas de acero de masa conocida sobre una probeta y recogemos los valores de voltaje obtenidos a través de un osciloscopio.
 - El experimento inclinado, similar al anterior aunque las bolas ruedan sobre un plano inclinado.
 - El experimento del motor donde la vibración de un motor desequilibrado hace que oscile un cantiléver al que va adherido una pequeña bola de acero que golpea de forma continua sobre la muestra y se recoge la respuesta de la muestra ante estos golpes cíclicos a través de un osciloscopio.

En todos los sistemas propuestos se aprecia un comportamiento similar, primero se aprecia un mínimo a voltajes negativos que puede ser atribuido a la respuesta del material a la compresión seguido de un máximo a voltajes positivos correspondiente a la expansión, este máximo es menor en valor absoluto que el mínimo por la existencia del fenómeno de fricción dipolar, es decir, al rozamiento producido por la reorientación de los dipolos cuando la muestra recupera la forma original. Así se puede apreciar que cuando se ejerce presión de compresión sobre el PVDF la corriente fluye en una dirección y cuando esta presión se retira la corriente fluye en dirección contraria.

- Los resultados obtenidos en cada uno de los tres experimentos son reproducibles. El valor del voltaje obtenido para cada experimento es único y depende de la energía suministrada en función de la configuración elegida (experimento vertical, inclinado o motor).

- En los experimentos estáticos (vertical y plano inclinado), se observó que existe una masa crítica a partir de la cual al realizar el experimento vertical / inclinado no deja recuperar correctamente a la muestra y los valores de voltaje obtenidos son menores que los esperados. Para el experimento vertical se puede observar este comportamiento para la bola de masa intermedia, mientras que en el experimento inclinado sólo podemos ver este comportamiento para la bola de mayor masa.
- La menor desviación típica se aprecia en el experimento del motor. Entre los experimentos estáticos el experimento vertical presenta menor desviación típica que el experimento inclinado, esto puede ser debido a la inexistencia de rebote en el experimento inclinado ya que cuando existe rebote en el experimento vertical nos indica un golpeo efectivo y esa medida es la que registramos lo que hace que tengamos menos golpes no efectivos entre los valores de los lanzamientos tomados.
- El experimento del motor es el sistema más adecuado cuando se busca realizar una gran cantidad de ensayos en un corto periodo de tiempo.
- Los resultados obtenidos en cuanto a valores de voltaje del PVDF están de acuerdo con otros resultados publicados en la bibliografía.

Referencias

- (1) Harrison J.S. Piezoelectric Polymers. ICASE. Nasa Langley Research Center. 2001.
- (2) Uchino K. Introduction to Piezoelectric Actuators and Transducers. Penn State University. 2003.
- (3) Pierre Curie, 1859-1906. Le rêve scientifique. 1999.
- (4) Pereira A.H.A. Cerámicas piezoeléctricas: funcionamiento y propiedades. Sao Carlos. Brasil. 2010.
- (5) J.S.Harrison. NASA Langley Research Center. ICASE. December 2001.
- (6) S.B. Lang, S. Muensit. Review of some lesser-known applications of piezoelectric and pyroelectric polymers. 2006.
- (7) Y. Bar-Cohen, Electroactive Polymer (EAP) Actuators as Artificial Muscles: Reality, Potential and Challenges. SPIE Press, Bellingham, 2001.
- (8) Gauravmago, Dilhan M. Kalyon, and Frank T. Fisher. Membranes of Polyvinylidene Fluoride and PVDF Nanocomposites with Carbon Nanotubes via Immersion Precipitation, Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials, Volume 2008, Article ID759825.
- (9) Hyungoo Lee, Rodrigo Cooper, Ke Wang and Hong Liang. Nano-Scale Characterization of Piezoelectric Polymer. Sensor 2008, 8, 7359-7368.
- (10) V. Sencadas, R. Gregorio Filho, S. Lanceros-Mendez, Processing and characterization of a novel nonporous poly(vinylidene fluoride) films in the β phase, Journal of Non-Crystalline Solids 352 (2006) 2226–2229.
- (11) ERDEM ÖÇÜT, O. SINAN YÖRDEMA, YUSUF Z. MENCELOĞLUA, MELIH PAPILA, Poly(vinylidene fluoride)/Zinc Oxide Smart Composite Material, Behavior and Mechanics of Multifunctional and Composite Materials 2007, Vol. 6526.
- (12) Tushar Sharma, Sang-Soo Je, Brijesh Gill, John X.J. Zhang. Patterning piezoelectric thin film PVDF-TrFe based pressure sensor for catheter application Sensor and Actuators A: Physical. 2011.
- (13) Kai Ke et al., Crystallization behavior of poly (vinylidene fluoride)/multi-walled carbon nanotubes nanocomposites, J Mater Sci. 2011.
- (14) BR solef Hylar PVDF. Design and Processing Guide.
- (15) S. LANCEROS-MENDEZ, V. SENCADAS, R. GREGORIO FILHO, Portuguese patent no. 103318.
- (16) V. SENCADAS, S. LANCEROS-MENDEZ, R. GREGORIO FILHO, D.L. CHINAGLIA, A. POUZADA, Proceedings of the ISE-12, September 2005, Salvador da Bahia, Brazil.
- (17) Kwo-Yin Lin, Fu-Su Yen. Chi-Yuen Hwang. Effects of particle size of BaTiO_3 powder on the dielectric properties BaTiO_3 /PVDF composites. 2001.
- (18) Wenwu Cao. Ferroelectrics: The strain limits and switching. Nature Materials. 2005
- (19) A. Habib, N. Stelzer, P. Augerer, R. Haubner. Effect of temperature and time on solvothermal synthesis of tetragonal BaTiO_3 . 2011.
- (20) Ciencia e ingeniería de materiales. Donal R Askeland. Capítulo 15: Materiales compuestos. Capítulo 18: Materiales electrónicos. Thomson 4ª Edición.
- (21) Y. Kobayashi, T. Tanase, T. Tabata, T. Miwa, M. Konno. Fabrication and dielectric properties of the BaTiO_3 – polymer nano-composite thin films. 2008.
- (22) J. Kulek, I. Szafraniak, B. Hilczer, M. Polomska. Dielectric and pyroelectric response of PVDF loaded with BaTiO_3 obtained by mechanosynthesis. 2007.

- (23) Introducción a la Física del Estado Sólido- Charles Kittel- 3ª Edición.
- (24) Y. C. Li, S. C. TJONG, R. K. Y. Li, Dielectric properties of binary polyvinylidene fluoride/barium titanate nanocomposites and their nanographite doped hybrids, EXPRESS Polymer Letters Vol.5, No.6 (2011) 526–534.
- (25) D. Olmos, J.M. Martínez-Tarifa, G. González-Gaitano, J. González-Benito. Uniformly Dispersed Submicrometre BaTiO₃ Particles in PS Based Composites. Morphology, Structure and Dielectric Properties.
- (26) Fátima Montero. Nuevos materiales nanocompuestos basados en Polifluoruro de Vinilideno y nanopartículas de BaTiO₃. TFC. 2011.
- (27) Carlos Montero. Nuevos materiales nanocompuestos de Polifluoruro de Vinilideno y nanopartículas de BaTiO₃. PFC. 2012.
- (28) R.I Serra-Gómez et al. Thermoplastic-ceramic composites for electronics prepared by cryomilling. Plastic research online.
- (29)) R.I Serra-Gómez et al. Composites based en EVA and barium titanate submicrometric particles: preparation by high-energy ball milling and characterization. Polymeric Composites. 2012.
- (30) V.T. Rathod, D. Roy Mahapatra, Anjana jain, A. Gayathri. Characterization of a large-area PVDF thin film for electro-mechanical and ultrasonic sensing applications.
- (31) Rafael Vela. Caracterización de la respuesta piezoeléctrica de compuestos basados en PVDF – BaTiO₃. PFC. 2013.
- (32) Manual Osciloscopio Rigol.
- (33) D. Vatansever, R L Hadimani, T Shah and E Siores. Voltage response of piezoelectric films in vacuum and at elevated temperatures. 2012.

Guía de Tablas

- **Tabla 1.1:** Comparación de propiedades entre materiales piezoeléctricos poliméricos y cerámicos (5).
- **Tabla 2.1:** Fases más comunes del PVDF y nomenclatura empleada.
- **Tabla 2.2:** Variación de la permitividad magnética (ϵ') y el ángulo δ a 1kHz, según el tipo y cantidad de refuerzo utilizado (11).
- **Tabla 3.1:** Características generales PVDF suministrado por Sigma-Aldrich
- **Tabla 3.2:** Condiciones del experimento vertical.
- **Tabla 3.3:** Comparativa ventajas/ desventajas de los métodos de caracterización propuestos.
- **Tabla 4.1:** Resultados de los voltajes obtenidos para de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa.
- **Tabla 4.2:** representación de los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa, una vez eliminados los valores que se alejan de la media.
- **Tabla 4.3:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de menor masa.
- **Tabla 4.4:** Resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia.
- **Tabla 4.5:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de masa intermedia.
- **Tabla 4.6:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de mayor masa.
- **Tabla 4.7:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie A al golpear verticalmente la bola de mayor masa.
- **Tabla 4.8:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de menor masa.
- **Tabla 4.9:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de menor masa
- **Tabla 4.10:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia.
- **Tabla 4.11:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de masa intermedia.
- **Tabla 4.12:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de mayor masa.

- **Tabla 4.13:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear verticalmente la bola de mayor masa.
- **Tabla 4.14:** Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie y tamaño de la bola en el experimento vertical.
- **Tabla 4.15:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.16:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear la bola de menor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.17:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.18:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie B al golpear la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.19:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.20:** Resultados finales una vez aplicado el tratamiento de datos.
- **Tabla 4.21:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.22:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de menor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.23:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.24:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de masa intermedia en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.25:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.26:** Valores medios de voltaje y desviación típica una vez aplicado el tratamiento de datos sobre los resultados de los voltajes obtenidos para la muestra de la serie E al golpear la bola de mayor masa en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.27:** Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie y tamaño de la bola en el experimento inclinado.
- **Tabla 4.28:** Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie A.
- **Tabla 4.29:** Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie B.
- **Tabla 4.30:** Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie E.

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

- **Tabla 4.31:** Valores de voltajes máximos y mínimos correspondientes al tiempo de adquisición recogidos mediante el experimento del motor para la muestra de la serie F
- **Tabla 4.32:** Valores medios de voltaje y desviación típica obtenidos una vez tratados los datos correspondientes a los valores de voltaje obtenidos para cada serie del experimento del motor una vez realizado el tratamiento de datos.

Índice de Figuras

- **Figura 1.1:** Electrómetro usado por Pierre y Jacques Curie en sus investigaciones sobre la piezoelectricidad, 1880 (3).
- **Figura 1.2:** Aplicaciones piezoeléctricas y piroeléctricas de materiales poliméricos. 1999-2004 (6).
- **Figura 1.3:** Distintas aplicaciones para films piezoeléctricos a) teclado b) felpudo de seguridad (7).
- **Figura 2.1:** Monómero de partida y unidad repetitiva PVDF. Cole-Parmer.
- **Figura 2.2:** Esquema unidad repetitiva PVDF de la fases α y β . Los momentos polares de la fase α se cancelan en cadenas sucesivas mientras que no ocurre esto en la fase β . (12).
- **Figura 2.3:** Métodos de obtención PVDF atendiendo a su estructura cristalina (14).
- **Figura 2.4:** Estructura cristalina titanato de bario: a) paraeléctrica-cúbica, b) ferroeléctrica tetragonal (17).
- **Figura 2.5:** Esquema de la estructura de bandas para materiales semiconductores, aislantes y conductores.
- **Figura 2.6:** Ciclos de histéresis (24).
- **Figura 2.7:** Esquema piezoelectricidad (23).
- **Figura 2.8:** (a) Esquema del montaje del modelo cuasi-estático. (b) detalle del montaje (30).
- **Figura 2.9:** Fabricación de los dispositivos (12).
- **Figura 2.10:** (a) Esquema de la cámara el aire atraviesa la cámara. (b) Fotografía de la cámara (12).
- **Figura 2.11:** Resultados experimentales al presionar la muestra (12).
- **Figura 2.12:** Respuesta del sistema PVDF-TrFE sometido a presión y ausencia de presión en el interior de la cámara (12).
- **Figura 3.1:** Vasija de acero preparada para la molienda (24)
- **Figura 3.2:** Polvo obtenido por molienda mecánica, de izquierda a derecha PVDF con 10% BaTiO₃, 5%, 1% y 0%. (31)
- **Figura 3.3:** Montaje para la obtención de probetas film + sustrato. PVDF con 10% BaTiO₃.
- **Figura 3.4:** Montaje previo a la entrada en el horno.
- **Figura 3.5:** Muestra preparada por el método film + sustrato muestra correspondiente a PVDF puro.
- **Figura 3.6:** Fotografía del osciloscopio utilizado.
- **Figura 3.7:** Panel Frontal de control (32).

Estudio de la respuesta piezoeléctrica en PVDF

- **Figura 3.8:** Imagen correspondiente a la pantalla del osciloscopio para ilustrar la existencia de dos canales de registro, la posición del menú y las divisiones temporales (32).
 - **Figura 3.9:** Máquina universal de ensayos empleada.
 - **Figura 3.10:** Imagen general del montaje del experimento vertical.
 - **Figura 3.11:** Detalle del punto de golpeo de la bola en el experimento vertical.
 - **Figura 3.12:** Imagen general del montaje del experimento inclinado.
 - **Figura 3.13:** Detalle zona de golpeo en el experimento inclinado.
 - **Figura 3.14:** Imagen general del montaje del experimento del motor.
 - **Figura 3.15:** Detalle de la zona de golpeo en el experimento del motor.
-
- **Figura 4.1:** Valores del voltaje registrado en el osciloscopio para el experimento vertical al lanzar: a) Bola grande (lanzamiento 5) b) Bola mediana (lanzamiento 4) c) Bola pequeña (lanzamiento 3).
 - **Figura 4.2:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.3:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de menor masa, una vez eliminados los valores que se alejan de la media. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.4:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.5:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie A al golpear verticalmente con la bola de mayor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.6:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de menor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.7:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de masa intermedia. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
 - **Figura 4.8:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear verticalmente con la bola de mayor masa. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).

- **Figura 4.9:** Comparativa entre los valores máximos de voltaje obtenidos para las series A y B en el experimento vertical. a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande.
- **Figura 4.10:** Comparativa entre los valores mínimos de voltaje obtenidos para las series A y B en el experimento vertical. a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande.
- **Figura 4.11:** Comparativa entre los valores máximos obtenidos para cada serie según la masa de la bola, en el experimento vertical. De izquierda a derecha bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie A. b) Serie B.
- **Figura 4.12:** Comparativa entre los valores mínimos obtenidos para cada serie según la masa de la bola, en el experimento vertical. De izquierda a derecha bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie A. b) Serie B.
- **Figura 4.13:** Valores de voltaje registrado en el osciloscopio para la muestra de la serie E en el experimento inclinado al lanzar: a) Bola grande (lanzamiento 3) b) Bola mediana (lanzamiento 8) c) Bola pequeña (lanzamiento 3).
- **Figura 4.14:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.15:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.16:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie B al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.17:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de menor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.18:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de masa intermedia en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.19:** Resultados de los voltajes obtenidos en la muestra de la serie E al golpear con la bola de mayor masa en el experimento inclinado. a) Valores correspondientes a máximos de voltaje (valores positivos) b) Valores correspondientes a los mínimos de voltaje (valores negativos).
- **Figura 4.20:** Comparativa entre los valores de voltaje máximos obtenidos al realizar el experimento inclinado para las muestras de las series B y E al lanzar: a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande
- **Figura 4.21:** Comparativa entre los valores de voltaje mínimo obtenidos al realizar el experimento inclinado para las muestras de las series B y E al lanzar: a) Bola pequeña. b) Bola mediana. c) Bola grande

- **Figura 4.22:** Comparativa entre valores de voltaje máximos para muestras de las series B y E sometidas al experimento inclinado al lanzarles, de izquierda a derecha, bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie B. b) Serie E.
- **Figura 4.23:** Comparativa entre valores de voltaje máximos para muestras de las series B y E sometidas al experimento inclinado al lanzarles, de izquierda a derecha, bola pequeña, bola mediana, bola grande. a) Serie B. b) Serie E.
- **Figura 4.24:** Medidas de los valores de los voltajes obtenidos al realizar el experimento motor sobre la serie A.
- **Figura 4.25:** Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie A al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.
- **Figura 4.26:** Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie B al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.
- **Figura 4.27:** Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie E al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.
- **Figura 4.28:** Representación de los valores de los voltajes máximos y mínimos en función del tiempo de adquisición para la muestra de la serie F al realizar el experimento del motor. a) Voltajes máximos. b) Voltajes mínimos.
- **Figura 4.29:** Comparativa entre valores de tensión máximos y mínimos. Para las muestras de las series A, B, E y F al ser sometidas al experimento del motor. a) Máximos b) Mínimos
- **Figura 4.30:** Evolución de la forma de onda con la variación de la tensión aplicada al motor. a) Voltaje de la fuente 1,5V. b) Voltaje de la fuente 1,75V. c) Voltaje de la fuente 2V. d) Voltaje de la fuente 2,3V.